


SIGILLVM ACADEMIAE HARVARDIANAE IN NOV · ANG
CHRISTO ET ECCLESIAE
VE RI TAS

Germany

SCHIESS-

UND

SPRENGMITTEL

Erweiterter Sonder-Abdruck

aus

„Muspratt's theoretische, praktische und analytische Chemie"

4. Auflage VII. Band

SCHIESS-

UND

SPRENGMITTEL

VON

OSCAR GUTTMANN

INGENIEUR-CHEMIKER IN LONDON

MIT 88 EINGEDRUCKTEN ABBILDUNGEN

BRAUNSCHWEIG

DRUCK UND VERLAG VON FRIEDRICH VIEWEG UND SOHN

1900

VORWORT.

Mein Werk „Die Industrie der Explosivstoffe“ hat eine sehr freundliche Aufnahme und lebhaften Absatz gefunden, so dass bereits eine Neubearbeitung desselben in Angriff genommen werden musste. Diese wird nothwendigerweise längere Zeit beanspruchen. Um in der Zwischenzeit, wenigstens der Hauptsache nach, die neueren Erfahrungen bekannt zu machen, und um dem vielseitig ausgesprochenen Wunsche nach einem kurzgefassten Handbuche über Explosivstoffe nachzukommen, hat sich die Verlagshandlung entschlossen, den Artikel über „Schiess- und Sprengmittel“, welchen ich im Jahre 1898 für Muspratt's Chemie schrieb, in einem Sonderabdrucke allgemeiner zugänglich zu machen. Ich bitte auch für diesen um wohlwollende Beurtheilung.

12, Mark Lane, London E. C., im März 1900.

Oscar Guttmann.

INHALTSVERZEICHNISS.

Geschichtliches.

Die Geschichte der Schiess- und Sprengmittel nimmt ihren Anfang mit dem ersten Gebrauche des Schiesspulvers oder Schwarzpulvers, welches seit Jahrhunderten bekannt ist.

Während man ursprünglich bei der Belagerung von feindlichen Festungswerken mechanische Mittel, wie Rammen, Mauerbrecher, Steinschleudern u. dergl. verwendete, hat in den Jahren 660 bis 667 Kallinikos aus Heliopolis bei der Vertheidigung Constantinopels eine Feuermischung eingeführt, welche er in die feindlichen Werke schleuderte, um Zerstörung durch Feuer und Brand hervorzurufen. Dieses „griechische Feuer" (von den Alten Naphtha genannt), hat sich mehrere Jahrhunderte hindurch erhalten und wurde von den verschiedenen Feuerwerksmeistern durch allerlei Verbesserungen und Zusätze wirksamer gemacht. Ursprünglich bestand das griechische Feuer aus einer Mischung von Schwefel, Pech und verschiedenen Harzen. Später wurden alle möglichen Zusätze gemacht, jedoch scheint der Salpeter vor dem 13. Jahrhunderte nicht in seine Zusammensetzung aufgenommen worden zu sein. Obzwar Salpeter den Arabern schon im achten Jahrhunderte bekannt war, so findet sich doch von seiner Eigenschaft, mit brennenden Körpern zu verpuffen, erst bei Roger Bacon im 13. Jahrhunderte Erwähnung, und ein in der Bibliothek von Leyden befindliches arabisches Werk aus dem Jahre 1225 „Abhandlung über Kriegslisten, Einnahme von Städten und Vertheidigung von Engpässen nach Anleitung von Alexander, Sohn des Philipp", giebt wohl Vorschriften über Brandfeuer, kennt aber den Salpeter noch nicht.

Ebenso ist es nachgewiesen, dass dem Pulver ganz ähnliche Mischungen zu Brandkugeln, Raketen, Feuerpfeilen u. dergl. längst verwendet wurden, ehe man ihre Fähigkeit, Projectile zu schleudern, erkannte und Vorrichtungen erfand, diese auszunutzen.

Das griechische Feuer wurde gewöhnlich in hohle Steine, oder mit Löchern versehene Gefässe eingeschlossen, welche aus den schon früher üblichen Wurfmaschinen geschleudert wurden und dann entweder während des Fluges oder erst beim Auftreffen viel Geräusch machten, manchmal auch explodirten, gewöhnlich aber den Zweck hatten, beim Auftreffen auf das Zielobject dasselbe in Brand zu stecken.

In diesem Sinne müssen alle Erzählungen aus dem 12. und 13. Jahrhunderte gelesen werden, und charakteristisch für die Wirkung dieser geschleuderten Töpfe ist eine Schilderung aus den chinesischen Jahrbüchern, welche von Mailla und Gaubil übersetzt wurden. In denselben heisst es von der Belagerung von Pian-king und Lo-yang im Jahre 1232, „dass man um diese Zeit den ho-pao oder Feuer-pao verwendete, genannt Tschin-tien-lui oder Donner, welcher den Himmel erschüttert". Man bediente sich hierzu eines eisernen Topfes, welchen man mit „Yo" (bedeutet jetzt Pulver, früher Zündmasse) füllte. Sobald man denselben entzündet hatte, erhob sich der Pao, und es entstand Feuer von allen Seiten. Sein Lärm glich dem Donner, und er wurde auf mehr als 100 Li gehört; er konnte das Feuer auf eine Oberfläche von mehr als einem halben Morgen verbreiten. Dieses Feuer durchlöcherte sogar die eisernen Kürasse, welche davon getroffen wurden.

Aehnliche Erzählungen wurden von Raschid-eddin, Marco Polo, Joinville, Almarco u. s. w. gebracht.

Bei Beurtheilung dieser Nachrichten darf man die vielen Angaben über Bombarden (tormentum), welche bei manchen Belagerungen eine Rolle spielten, nicht im Sinne unserer Mörser verstehen, weil manche Schriftsteller diesen ihnen geläufigen Ausdruck auch für Wurfmaschinen zu Brandkörpern gebrauchten.

Im 14. Jahrhunderte findet man plötzlich, dass das Schiesspulver thatsächlich zu artilleristischen Zwecken benutzt wurde. Wie sich der Uebergang vom griechischen Feuer zum Schiesspulver vollzogen hat, wird wahrscheinlich für alle Zeiten unaufgeklärt bleiben, da sich darüber positive Anhaltspunkte nicht finden.

Dass die Chinesen es nicht erfunden haben, muss schon deshalb angenommen werden, weil sie in so grosse Bestürzung geriethen, als drei Stücke versucht wurden, welche die Portugiesen von Macao ihnen schenkten.

Man hat die Erfindung den Indiern zugeschrieben und sich auf zwei Stellen aus dem „Code of Gentoo laws" bezogen, jedoch sind dieselben nach einer kritischen Uebersetzung von Prof. Windisch durchaus nicht in dem Sinne zu lesen, wie es versucht wurde.

Eine arabische Handschrift in der Petersburger Bibliothek, welche von Rénaud und Favé gefunden wurde, gab Veranlassung, den Arabern die Erfindung des Schiesspulvers zuzuschreiben. In derselben war ein hölzernes Rohr beschrieben, aus welchem eine Mischung von 10 Drachmen Salpeter, 2 Drachmen Kohle, 1½ Drachmen Schwefel gefeuert wurde. Wenn auch dieses höchst primitive Instrument geeignet gewesen wäre, als Defensivwaffe benutzt zu werden, so fehlt die wichtigste Angabe, nämlich die Zeit, aus welcher die Handschrift stammt. Rénaud und Favé glauben zwar aus äusserlichen Umständen schliessen zu dürfen, dass die Handschrift aus den ersten Jahren des 14. Jahrhundertes stamme, allein da positive Nachrichten aus dem ersten

Viertel des 14. Jahrhundertes vorliegen, müsste die Jahreszahl ganz genau angegeben sein, um eine Priorität beurtheilen zu können, was doch aus blossen Ausführungsmerkmalen einer Handschrift nicht möglich ist.

Im Abendlande ist der Streit um die Erfindung des Pulvers ein viel grösserer.

Marcus Graecus in dem „liber ignium ad comburendos hostes" gab zwei Vorschriften für ein ignis volatilis (Flugfeuer), und der von ihm angegebene Pulversatz ($66^6/_9$ Salpeter, $22^2/_9$ Kohle und $11^1/_9$ Schwefel) wäre ungefähr ähnlich dem heutigen Sprengpulver. Liest man jedoch die Vorschrift von Marcus Graecus aufmerksam durch, so findet man, dass die von ihm angegebene Reinigung des zu verwendenden Mauersalpeters einen zur Verwendung des Pulvers als Schiessmittel ganz untauglichen Salpeter ergab, und dass die von ihm vorgeschriebenen Instrumente ganz unvollkommene Raketen waren, welche überhaupt nur in Folge des schlechten Pulvers wirksam sein konnten. Dass er an ein Treibmittel nicht gedacht hat, ist auch daraus zu ersehen, dass alle seine Vorschriften über brennbare Mischungen nur den Zweck hatten, Schrecken und Brand unter dem Feinde zu erzeugen, wie dies ja auch aus dem Titel der Schrift „liber ignium ad comburendos hostes" hervorgeht.

Albertus Magnus, der nach Marcus Graecus geschrieben, hat offenbar diesen nur copirt.

In England hält man mit einiger Zähigkeit daran fest, dass Roger Bacon das Pulver erfunden, oder mindestens gekannt habe, und man bezieht sich auf eine Stelle in seiner Schrift „de potestate artis et naturae". Dieselbe befindet sich in Capitel 11 über das „philosophische Ei" und soll nach einem in Hamburg 1618 veröffentlichen Nachdrucke lauten:

„Sed tamen salis petrae luru vopo vir can utriet sulphuris; et sic facies tonitruum et coruscationem, si scias artificium. Videas tamen utrum loquar in aenigmate vel secundum veritatem." In dem Anagramme „luro vopo vir can utri" soll die lateinische Bezeichnung für Kohlenpulver enthalten sein, doch hat man sich bisher vergebens bemüht, einen Sinn hineinzubringen. Offenbar, um diesen Widerspruch zu lösen, wollten Manche das Anagramm als „luru mope can ubre" lesen, was allerdings carbonum pulvere ergäbe, allein ausser den Angaben bei Kopp, Geschichte der Chemie, und Hoppe, Beiträge zur Geschichte der Erfindungen, konnte ich nirgends einen Beweis dafür finden, dass das Anagramm in dieser Lesart je vorkomme.

Dagegen habe ich die Originalquellen eingesehen, und zwar ein Manuscript in dem British Museum in London, und ein anderes in der Bodleian library in Oxford. In ersterem lautet die fragliche Stelle: „Sed tamen salpetre Kb Ka x hopospcadikis et sulphuris 5", in letzterem findet sich von dem ganzen philosophischen Ei und dem anagrammatischen Satze absolut nichts. Es scheint also die Hamburger Reproduc-

tion gerade in diesem wichtigen Punkte eine im Mittelalter durchaus nicht seltene Fälschung zu sein. Aber selbst, wenn man annehmen könnte, dass dieser anagrammatische Satz schon in Roger Bacon's Originalarbeit gestanden habe, so kann er sich doch dabei nur ein Donner und Brand erzeugendes Instrument gedacht haben.

Vielleicht am meisten Verbreitung hat die Meinung gefunden, dass Berthold Schwarz, oder, wie er auch manchmal genannt wird, Bertholdus Niger, Berthold Anklitzen u. s. w., das Pulver erfunden habe, und viele und reichhaltig sind die Erzählungen, wie er zu dieser Erfindung gekommen sei.

Thatsache ist, dass ältere Schriftsteller wohl davon zu erzählen wissen, dass Berthold Schwarz die Gewehre erfunden habe, dass aber erst die Schriftsteller aus dem 16. und 17. Jahrhunderte sich zu der Annahme verleiten liessen, er müsse gleichzeitig auch das Pulver erfunden haben, da sie Angaben über diese letztere Erfindung nicht vorfanden. Bei den älteren Schriftstellern findet man bei dem Namen Berthold Schwarz nur die Erfindung der Geschütze, Stücke oder Flinten erwähnt.

Nach eingehenden Forschungen über die Person und den Zeitpunkt der Erfindung bin ich zu dem Schlusse gekommen, dass der Name des Erfinders unbekannt bleiben wird, weil sich das Pulver allmälig aus dem griechischen Feuer entwickelte, und dass es bekannt war, ehe man an seinen Gebrauch in Gewehren und Geschützen dachte, wenn auch vorerst in unreinen Bestandtheilen und aus schlechten Mischungen erzeugt.

Schon im Jahre 1360 hat Meister Sänger in Nürnberg Pulver und Geschütze verkauft, und im selben Jahre gerieth das Rathhaus in Lübeck in Brand durch die Unvorsichtigkeit derer „qui pulveres pro bombardis parabant“.

Am 17. Mai 1354 wurden in Frankreich bereits Geschütze versucht. In der Schlacht von Cressy am 26. August 1346 hatten die Engländer bereits Kanonen, und in den Rechnungen der Königl. Kammer von 1344 und 1347 finden sich Ausgaben für Salpeter und Schwefel zur Herstellung von Pulver für Kanonen, und eine gleiche Ausgabe für Pulver findet sich unter den Rechnungen des französischen Kriegscommissärs Barthélemy du Drach aus dem Jahre 1338. Es sollen ferner nach Libri am 11. Februar 1326 in Florenz bereits metallene Kanonen und schmiedeeiserne Kugeln gefertigt worden sein.

Während sonach noch im Jahre 1311 die arabischen Quellen von einer Verwendung des Salpeters für Schiesszwecke nichts wissen, finden sich im Abendlande bereits im Jahre 1325 Kanonen, und die Verwendung des Pulvers als Treibmittel muss sonach zwischen 1310 und 1325 zum ersten Male erfolgt sein. Die Ausnutzung der treibenden Kraft des Schiesspulvers und die Erfindung von Schiesswaffen dürfte aller Wahrscheinlichkeit nach im Jahre 1313 durch den Mönch Berthold Schwarz aus Freiburg im Breisgau erfolgt sein.

Ueber 500 Jahre nachher ist das Schwarzpulver allgemein als Treibmittel verwendet worden. Wohl haben Don Barcelo im Jahre 1781, Minando 1789, Baini 1789 und Wurzer 1792, und seither noch viele Andere versucht, dem Pulver andere Stoffe beizumengen, man konnte aber keine befriedigenden Resultate erzielen.

Ursprünglich wurde das Pulver in steinernen Mörsern von der Hand hergestellt, später bediente man sich der Mühlsteine und es ist bekannt, dass im Jahre 1340 in Augsburg, 1344 in Spandau und 1348 in Liegnitz Pulvermühlen bestanden. Im Jahre 1435 baute Harscher in Nürnberg eine Stampfmühle, und schon im Jahre 1692 gab es in Frankreich 22 Pulverstampfen mit 829 Stempeln, welche von März bis October jeden Jahres 2310000 Pfd. Pulver lieferten. Kollergänge waren schon im Jahre 1540 in primitiver Weise bekannt, und im Jahre 1754 baute Ferri in Essone in Frankreich eine Walzmühle. Ursprünglich wurde das Pulver nur in Form eines feinen Staubes verwendet. Im Jahre 1525 begann man in Frankreich zu körnen und durch Siebe zu sortiren. Man unterschied in Deutschland, vom grössten beginnend: Schlangenpulver (Stückpulver, Karthaunenpulver), Hackenpulver, Handrohrpulver (Musketenpulver, Pürschpulver). Ungekörnt war das Zündpulver (Zündkraut), und das zu Feuerwerkskörpern verwendete Werkpulver. 1777 bis 1778 machte Lavoisier seine grossen Versuche über die Verpuffung des Pulvers. Um dieselbe Zeit versuchte Berthollet die beste Pulvermischung zu finden, und gelangte zu den Verhältnissen: 16 Th. Salpeter, 1 Th. Schwefel, 3 Th. Kohle (80:5:15).

In Deutschland und Frankreich kamen Schiesswaffen erst nach dem Jahre 1380 zu ausgedehnterer Verwendung, weil der ritterliche Sinn und der religiöse Eifer dieser Zeit sich mit denselben nicht befreunden konnten. Belagerungsgeschütze wurden wohl allenthalben sofort angeschafft. Man hat zuerst bloss Steine geschossen, später umwickelte man sie mit Eisenblech und etwa um 1347 schoss man bleierne Kugeln. Erst im 15. Jahrhunderte kommen gusseiserne Kugeln vor, man nannte sie aber noch immer „Staine", wie dies aus dem Reichsabschiede Friedrich's III. vom Jahre 1475 hervorgeht.

Was den Gebrauch des Pulvers zu Sprengzwecken betrifft, so ist es festgestellt, dass Löhneyss noch im Jahre 1617 bei der Beschreibung der Arbeit in Bergwerken nur von Keilhauen, Bergeisen und Handfäusteln spricht, und für allzu festes Gestein das Feuersetzen als gebräuchlich erwähnt. Dadurch ist es ziemlich zweifellos, dass Martin Weigold oder Weigel in Freiberg im Jahre 1613 Pulver zu Sprengungen nicht verwendet haben konnte.

Auch hier scheint eine allmälige Entwickelung stattgefunden zu haben, denn es finden sich verschiedentlich Angaben, wie Büchsenpulver in Kugeln gefüllt zum Austreiben schlechter Gase aus Gruben verwendet wurde.

Die erste sichere Nachricht über die Verwendung von Schiesspulver zur Sprengarbeit findet sich im Protokolle des Schemnitzer Berggerichtsbuches vom 8. Februar 1627, wonach ein Tyroler Namens Caspar Weindl an diesem Tage im Ober-Biberstollen die erste Sprengung durchgeführt hätte. Es ist möglich, dass er schon früher, als er noch auf den Bergwerken des Grafen Montecucculi in Tyrol arbeitete, die Sprengarbeit bereits erfunden hatte, doch haben sich dafür sichere Anhaltspunkte nicht ergeben. Von Schemnitz aus wurde die Sprengarbeit nach Böhmen und dem Harze eingeführt, und zwar 1632 in Clausthal, 1645 in Freiberg, 1670 durch deutsche Bergleute in England, 1724 in Schweden und im Salzbergwerke von Aussee sogar erst 1768. Im Jahre 1683 hat Henning Hutmann eine Art Maschinenbohrung eingeführt. Die elektrische Zündung wurde erst im Jahre 1804 durch Major Baron Chastel die Sicherheitszündschnur 1831 durch Bickford, und die Bohrung mit gepresster Luft 1854 durch Brunton und Bartlett erfunden.

Im Jahre 1845 wurde die Welt in grosse Aufregung versetzt über Schönbein's Erfindung der Schiessbaumwolle, eines Körpers, welcher aus Baumwolle hergestellt war und ganz ausserordentliche Resultate bei Verwendung in Gewehren gegeben haben sollte. Zwar hatte man schon lange vor der Entdeckung der Schiessbaumwolle das Verhalten der Holzfaser und ähnlicher Stoffe gegen Salpetersäure untersucht.

Bereits 1833 hatte Braconnot beobachtet, dass Stärkemehl, Holzspäne, Baumwolle, Leinwand, beim Uebergiessen mit concentrirter Salpetersäure nach einiger Zeit eine schleimige Lösung gaben, aus der sich auf Zusatz von Wasser ein weisses Pulver, das Xyloidin, ausschied, das sich leicht entzünden liess und dann lebhaft verbrannte. Auch Pelouze erhielt 1838 bei der Einwirkung von Salpetersäure auf Holzspäne, Papier und Baumwolle eine explosive Substanz; er hielt sie für identisch mit Xyloidin, das nach seinen Untersuchungen nicht nur bei 100° sich entzünden liess und dann ohne einen Rückstand zu hinterlassen lebhaft verbrannte, sondern auch durch Druck oder Schlag zur Explosion gebracht werden konnte. Und als Pelouze dieser Eigenschaften wegen das Xyloidin in der Feuerwerkerei anwenden zu können meinte, da empfahl auch Dumas für gleiche Verwendung ein von ihm aus Papier und Pappe mittelst concentrirter Salpetersäure dargestelltes Präparat, das Nitramidin, welches dem Xyloidin sehr ähnlich war, namentlich die Explosionsfähigkeit mit ihm theilte.

Angeregt durch die Entdeckung dieser interessanten Stoffe wurde die Wirkung der Salpetersäure auf die erwähnten Substanzen weiter untersucht, und dabei zu Anfang des Jahres 1845 von Schönbein in Basel beobachtet, dass Baumwolle, sogar ohne äusserlich sichtbare Veränderung zu erleiden, durch Behandeln mit Salpetersäure explosionsfähig werde; mit Erfolg wendete er solche explosive Baumwolle anstatt des Schiesspulvers zu Schiess- und Sprengversuchen an, hielt aber ihre

Bereitungsweise geheim. Mit ähnlichen Untersuchungen beschäftigt gelang es dann im August desselben Jahres R. Böttger in Frankfurt a. M., gleichfalls eine explosive Baumwolle darzustellen; er vereinigte sich mit Schönbein, um mit ihm gemeinschaftlich die Erfindung praktisch zu verwerthen, und dieserhalb boten beide noch in demselben Jahre ihr Verfahren zur Darstellung explosiver Baumwolle dem Deutschen Bunde an, der ihnen eine Nationalbelohnung für den Fall zusicherte, dass das von Schönbein inzwischen Schiessbaumwolle genannte Präparat sich geeignet erweise, das Schiesspulver für Feuerwaffen zu ersetzen, und dass es auch noch Vorzüge vor diesem besässe.

Bis dahin war die Bereitungsweise der Schiessbaumwolle geheim gehalten. Aber nun gelang F. J. Otto in Braunschweig die Darstellung explosiver Baumwolle; er veröffentlichte unterm 5. October 1846 in der Augsb. Allg. Zeitung die von ihm befolgte Bereitungsmethode, welche in einer kurze Zeit dauernden Behandlung der Baumwolle mit concentrirtester rauchender Salpetersäure bestand. Nun wurde sogleich allgemein nach dieser Methode Schiessbaumwolle dargestellt; es wurden auch andere der Baumwolle ähnliche Stoffe, wie Flachs und Sägespäne, durch gleiche Behandlung mit Salpetersäure explosiv gemacht und passende Abänderung der von Otto angegebenen Bereitungsmethode getroffen. Wie schon Schönbein und Böttger, so fanden Knop in Leipzig, und unabhängig von ihm Karmarsch und Heeren in Hannover, dass das Eintauchen der Baumwolle in ein Gemisch von Salpetersäure und concentrirter Schwefelsäure vortheilhafter sei, als das Eintauchen derselben in Salpetersäure allein: die Schwefelsäure nimmt zwar an der Umwandlung der Baumwolle nicht Theil, aber sie wirkt vortheilhaft, weil sie bei Verwendung einer wenig concentrirten Salpetersäure deren Wasser aufnimmt und sie concentrirt, ferner das zur Umwandlung von Baumwolle nöthige, verhältnissmässig kleine Volumen Salpetersäure vergrössert, so dass erstere gleichmässiger mit dem Säuregemisch als mit der Salpetersäure allein durchfeuchtet werden kann. Später wurde statt des Säuregemisches von Millon und Gaudin ein frisch bereitetes Gemenge von Salpeter und Schwefelsäure anzuwenden empfohlen, die Salpetersäure mithin aus einem ihrer Salze dargestellt und sogleich verwendet, dadurch die Darstellung der Schiessbaumwolle scheinbar vereinfacht.

Inzwischen wurde durch eine deutsche Bundescommission zu Mainz eine Prüfung der Schiessbaumwolle in Bezug auf ihre Verwendung für Feuerwaffen vorgenommen, die, obgleich durch die Ereignisse im Jahre 1848 unterbrochen, endlich ein im Ganzen günstiges Resultat ergab. Im Jahre 1853 führte Oesterreich nach Uebereinkommen mit dem Deutschen Bunde eine nach Vorschrift des österreichischen Hauptmanns v. Lenk bereitete Schiessbaumwolle theilweise bei seinen Genietruppen als Sprengpräparat und bei seiner Artillerie zur Füllung von Hohlgeschossen ein; die Regierung liess sie in eigener Fabrik zu Hirtenberg

bei Wiener Neustadt darstellen, bis 1865, wo ihre Verwendung im österreichischen Geniewesen wegen zweier unaufgeklärter Explosionen von Magazinen eingestellt wurde. Bis 1862 war die österreichische Fabrikation Geheimniss; da theilte v. Lenk sein Verfahren der französischen und englischen Regierung mit, 1864 liess er es sich für Amerika patentiren.

Versuche, welche das englische Kriegsdepartement mit der v. Lenk'schen Schiessbaumwolle anstellen liess, ergaben, dass die Fabrikation derselben, wie sie bisher in Oesterreich durchgeführt wurde, die Schiessbaumwolle nur unvollkommen reinigte, und dass hieraus die mehrfach stattgehabten Explosionen zu erklären wären. Schon im Jahre 1862 hat John Tonkin jun. die Reinigung durch Zerkleinern in Holländern patentirt. Der damalige Chemiker des englischen Kriegsdepartements, nunmehr Sir Frederick Abel, patentirte gleichfalls diese Zerkleinerungsart der Schiessbaumwolle in Verbindung mit dem Pressen der Pülpe durch hydraulische Pressen zu regelmässigen Körpern, wodurch er eine regelmässige und kräftige Explosion der Schiessbaumwolle sicherstellte. Die Firma Prentice & Co. kaufte das Abel'sche Patent, und errichtete im Jahre 1865 eine grosse Fabrik in Stowmarket. Obzwar im August 1871 daselbst eine grosse Explosion stattfand, welche Böswilligkeit zugeschrieben wurde, so besteht diese Fabrik doch noch heute, und alle seither errichteten Schiessbaumwollfabriken haben das Abel'sche Verfahren mit unbedeutenden Veränderungen eingeführt.

Zur Zeit, als Pelouze seine Versuche zur Nitrirung von cellulosehaltigen Körpern anstellte, hatte er einen Assistenten, Ascanio Sobrero, welcher bald darauf als Professor der Chemie nach Turin berufen wurde. Daselbst setzte Sobrero seine Versuche fort, und im Jahre 1846 fand er, dass Glycerin ein zur Nitrirung höchst geeigneter Körper sei. Er nannte dieses Product Pyroglycerin, und, obzwar er schon damals die verschiedenen Verwendungsweisen dieses Pyroglycerins voraussah, wurde doch lange Zeit dafür keine gefunden, ausser in höchst verdünnten, alkoholischen Lösungen unter dem Namen Glonoin als Mittel gegen Kopfschmerzen, wofür es noch heute in England und der Schweiz benutzt wird.

Während sonach trotz dieser Erfindungen das Schwarzpulver noch immer seine Herrschaft behielt, verfiel erst im Jahre 1863 Alfred Nobel, ein Schwede, auf die Idee, das Pyroglycerin praktisch zu verwerthen. Auf die gewöhnliche Weise war eine explosive Wirkung aus dem Nitroglycerin nicht zu erzielen, und deshalb verfiel Nobel nach vielen Versuchen darauf, es durch kleine Pulverladungen zur Explosion zu bringen. Er führte es in flüssigem Zustande unter dem Namen Nitroglycerin ein, doch bald fand es sich, dass die Handhabung im Bergbaue grosse Schwierigkeiten bot, und dass zahlreiche Unglücksfälle sich ereigneten. Nobel schlug hierauf vor, das Nitroglycerin in Methylalkohol zu lösen, wodurch es fast unempfindlich wurde, doch war die

Abscheidung des Methylalkoholes beim Gebrauche gleichfalls sehr umständlich.

G. M. Mowbray in Massachusetts benutzte die Gefrierbarkeit und grosse Unempfindlichkeit des Nitroglycerins im gefrorenen Zustande dazu, es gefrieren zu lassen und so in Blechflaschen zu transportiren. In dieser Form wurde es in Amerika seit dem Baue das Hoosactunnels bis vor wenigen Jahren noch verwendet.

Die verschiedenen Uebelstände veranlassten Nobel, alle möglichen Körper zu versuchen, mit welchen das Nitroglycerin zu einer nicht flüssigen Masse verbunden werden könnte, und im Jahre 1866 fand er endlich die im Hannoverschen vorkommende Kieselguhr, eine höchst poröse Infusorienerde, welche, mit Nitroglycerin vermischt, ein sehr plastisches und doch vollkommen absorbirtes Product ergab, das in Bohrlöcher bequem eingeführt werden konnte. Nobel gab diesem Producte den Namen Dynamit.

Ursprünglich musste das Dynamit durch kleine Ladungen von Jagdpulver zur Explosion gebracht werden, doch bald fand Nobel, dass Knallquecksilberladungen wirksamer seien, und später wurde dieses Princip der Detonation vom zweiten Chemiker des englischen Kriegsdepartements, Brown, für Schiessbaumwolle verwendet.

Man hatte nun zwei Explosivstoffe, die Schiessbaumwolle und das Dynamit, welche in der Industrie immer ausgedehntere Verwendung fanden. Während die Schiessbaumwolle für Bergbauzwecke, an welche damals hauptsächlich gedacht wurde, an dem Uebelstande litt, dass sie vorher in Formen von bestimmter Grösse gepresst werden musste, sich innerhalb der niemals ganz runden Bohrlöcher verklemmte und in vielen Fällen zu kräftig wirkte, hatte das Kieselguhrdynamit den Nachtheil, dass es in feuchten oder nassen Bohrlöchern das Wasser eintreten und das Nitroglycerin austreten liess und dass es bei Temperaturen unter dem Gefrierpunkte zu einer steinharten Masse fror, wodurch zahlreiche Unglücksfälle herbeigeführt wurden.

Im Jahre 1878 gelang es Nobel, diese beiden Explosivstoffe zu combiniren und daraus einen Explosivstoff herzustellen, welchen er Sprenggelatine nannte, und welcher heute mit Ausnahme von Grossbritannien und seinen Colonien das Dynamit im Bergbaue gänzlich verdrängt hat. Er fand nämlich, dass eine gewisse Art von Nitrocellulose, welche man noch lange nachher die Dinitrocellulose nannte, die Eigenthümlichkeit besitze, sich ebenso wie in Aetheralkohol in Nitroglycerin zu lösen und mit demselben in entsprechenden Verhältnissen eine zähe, hornige, gallertartige Masse zu bilden. Diese liess selbst unter Wasser kein Nitroglycerin austreten, und zu ihrer Herstellung war nur ein geringer Procentsatz (etwa 8 Proc.) löslicher Nitrocellulose nothwendig, so dass bei gleicher Gewichtseinheit fast ein Viertel mehr Nitroglycerin in dem Sprengstoffe enthalten sein konnte, und dieser dadurch eine kräftigere Wirkung auszuüben im Stande war. Nobel's

Chemiker Siersch und Roth haben im Vereine mit dem österreichischen Hauptmanne Hess die Sprenggelatine so ausgebildet, dass sie als Kriegssprengmittel in verschiedenen Armeen eingeführt werden konnte, und als solches noch bis vor wenigen Jahren im Gebrauche war.

Die Suche nach kräftigeren Explosivstoffen, für welche insbesondere für Kriegszwecke die Nothwendigkeit stets vorlag, veranlasste verschiedene Armeen, der Pikrinsäure ihre Aufmerksamkeit zuzuwenden.

Die Pikrinsäure ist schon mehr als 120 Jahre bekannt. Schon im Jahre 1771 hatte Woulfe ihre Fähigkeit erkannt, Seide gelb zu färben. Ihre Beziehung zu Phenol wurde erst im Jahre 1842 von Lorrent beobachtet. Im Jahre 1867 hat Borlinetto ein Gemisch von Pikrinsäure, Natronsalpeter und chromsaurem Kali als Sprengpulver empfohlen. Zu gleicher Zeit wurde pikrinsaures Kali zur Füllung von Bomben in Nordamerika und England verwendet. Auch Designolle hat ein Pulver angegeben, dessen Basis pikrinsaures Kali war, Brugère ein solches mit pikrinsaurem Ammon.

Erst im Jahre 1871 hat Hermann Sprengel die Verwendung geschmolzener Pikrinsäure versucht und im Jahre 1887 hat Eugène Turpin in Paris die Verwendung von Pikrinsäure im gepressten und geschmolzenen Zustande, sowie in Verbindung mit Collodium, zur Füllung von Granaten patentiren lassen; bald darauf hat die französische Regierung dieses Product unter dem Namen Melinit eingeführt. Ein Jahr darauf wurde in der österreichischen Armee ein von der Nobel'schen Dynamitfabrik in Pressburg aus Trinitrokresol-Ammon hergestelltes Sprengmittel unter dem Namen Ecrasit eingeführt.

Während sonach alle die Zeit hindurch Explosivstoffe für Sprengzwecke vielfach erfunden wurden, blieb das Schwarzpulver als Treibmittel noch immer im Gebrauch.

Es hat wohl im Jahre 1864 der Artilleriehauptmann E. Schultze aus Potsdam aus nitrirtem Holze ein Schiesspulver hergestellt, und dies wurde auch in der Volkmann'schen Fabrik bei Pressburg, sowie in einer Fabrik in England im Grossen erzeugt. Die Volkmann'sche Fabrik erhielt sich nicht lange, die englische Fabrik begnügte sich damit, das heute noch unter dem Namen Schultzepulver bekannte Pulver für Jagdzwecke herzustellen, und es ist ihr auch im Laufe der Zeit durch vielfache, insbesondere ihrem Director Griffith zu verdankende Verbesserungen gelungen, dasselbe zu einem beliebten Jagdpulver zu vervollkommnen.

Im Jahre 1882 hat Walter F. Reid in Stowmarket ein Jagdpulver aus Nitrocellulose hergestellt, welchem er den Namen E. C.-Pulver (Explosives Company Pulver) gab. Sein Vorgang war der, dass er fein gepülpte Nitrocellulose durch Befeuchten mit Wasser und Rollen in einem Fasse zu Körnern verwandelte und diese durch Eintauchen in Aetheralkohol äusserlich härtete.

Zur selben Zeit haben Wolff & Co. in Walsrode Würfel aus Schiessbaumwolle zur Granatenfüllung hergestellt, welche sie in Essigäther eintauchten und dadurch mit einem wasserdichten Ueberzuge versahen.

Dies waren im Ganzen die Vorläufer einer vollständigen Umwälzung in der Pulverfabrikation, denn im Jahre 1886 fand Vieille, Chemiker der französischen Pulverfabriken, das Mittel, rauchloses Pulver — d. i. ein Pulver, welches bei der Verbrennung fast gar keinen Rauch entwickelt — aus in Aetheralkohol gelöster Schiessbaumwolle und Pikrinsäure herzustellen. Kurze Zeit darauf waren die englische und deutsche Regierung im Besitze von mit diesem Pulver hergestellten Patronen und fingen ihrerseits Versuche damit an. Die hauptsächlichste Veranlassung zur Herstellung solcher Pulver war das Bestreben, Gewehre von kleinem Kaliber zu benutzen, welche dem Soldaten gestatten sollen, ein Maximum von Patronen mit sich zu führen, und zu gleicher Zeit sollte das Pulver dem dadurch verminderten Geschossquerschnitte die erforderliche höhere Querschnittsbelastung geben. Die Bestrebungen zur Herstellung eines Kleinkalibergewehres wurden hauptsächlich von Professor Hebler in Zürich und dem schweizerischen Major Rubin gefördert, und als ein Beweiss der rapiden Entwickelung der rauchlosen Pulver mag es gelten, dass der Verfasser noch im Jahre 1885 von Prof. Hebler darüber consultirt wurde, ob es möglich wäre, kleine Cylinder aus gepresster Schiesswolle statt Schwarzpulver zur Ladung von Gewehrpatronen für das Kleinkalibergewehr zu verwenden.

Während Frankreich und Deutschland an der Ausbildung ihres Schiesswollpulvers arbeiteten, hat wieder Alfred Nobel die Idee gefasst, seine Sprenggelatine durch Vermehrung des Schiesswollgehaltes zu einem dichten, langsam verbrennenden Pulver zu gestalten, das er im Jahre 1888 unter dem Namen Ballistit patentirte und in der italienischen Armee eingeführt wurde. Abel und Dewar, Mitglieder der englischen Explosivstoffcommission, haben sodann die Combination von höchst nitrirter Cellulose mit Nitroglycerin durch Lösung beider in Aceton erdacht und unter dem Namen Cordite als Schiesspulver in die englische Armee eingeführt. Damit gleichzeitig hat fast jeder Staat Versuche zur Herstellung von rauchlosem Pulver durchgeführt und gegenwärtig sind alle Armeen von Bedeutung damit versehen.

Schwarzpulver.

Constitution. — Das Schwarzpulver ist als ein mechanisches Gemenge seiner Bestandtheile anzusehen, von deren mehr oder weniger inniger Mischung sowie von der äusseren Form, die ihm gegeben wird, seine Wirksamkeit bei der Entzündung abhängig ist.

Man hat früher geltend zu machen gesucht, dass das Schwarzpulver eine durch chemische und elektrische Affinität verbundene, homogene Masse sei, und diese Behauptung ist insbesondere von Breithaupt verfochten worden.

Materialien für die Schwarzpulverfabrikation.

A. Kalisalpeter.

Der im Handel vorkommende Rohsalpeter kann als solcher zur Herstellung von Schwarzpulver nicht verwendet werden, weil es überhaupt als Regel gelten muss, dass die Materialien zur Herstellung von Pulver von grösstmöglicher Reinheit sein sollen, um absolut gleichmässige Wirkung zu geben. Der Rohsalpeter enthält stets zwischen 15 und 20 Proc. Verunreinigungen durch fremde Salze, organische Stoffe und dergl., und muss deshalb noch besonders raffinirt werden. Zwei Hauptquellen für Kalisalpeter sind insbesondere in Rücksicht zu ziehen: Der Rohsalpeter, welcher aus Ostindien eingeführt wird, wo eine besondere Kaste, die Soravallahs, sich mit der Sammlung von Salpeterwitterungen befasst, und der sogenannte Conversionssalpeter, welcher aus der Umsetzung von Natronsalpeter mit Chlorkalium entsteht, und hauptsächlich in Deutschland erzeugt wird. In Grossbritannien und seinen Colonien wird zur Herstellung guten Schwarzpulvers vorwiegend Salpeter verwendet, welcher aus dem ostindischen Rohsalpeter raffinirt wird, während für geringwerthige Marken, wie Sprengpulver, oder sogenanntes Exportschiesspulver, Conversions- oder deutscher Salpeter genommen wird. In Deutschland insbesondere und

in fast allen übrigen Ländern benutzt man nur Conversionssalpeter. Während die Engländer nun stets behaupteten, die unzweifelhaft grössere Beliebtheit ihres Schwarzpulvers rühre daher, dass sie ostindischen Salpeter verwendeten, und dass der deutsche Salpeter nicht so gut sei, wurde diese Ansicht von deutschen Fabrikanten stets bestritten, und man bemühte sich, durch möglichst sorgfältige Erzeugung, langandauernde Behandlung, sorgfältigste Auswahl der übrigen Rohmaterialien und verbesserte Construction von Apparaten das deutsche Pulver dem englischen ebenbürtig zu machen. Da die Engländer keinen Grund für die Superiorität ihres Salpeters angeben konnten, und man selbst so weit ging, beim deutschen Salpeter $^1/_{200000}$ Reinheit an Chlor zu garantiren, so war man geneigt, die Sache mehr als ein insulares Vorurtheil anzusehen. Erst die Jahre 1895 und 1896 brachten solche Untersuchungen, welche einen Schluss auf die Verschiedenheiten gestatteten. Es hat nämlich im Jahre 1894 zuerst Major Hellich gefunden, dass sich im Conversionssalpeter ausser dem üblichen Chlorgehalte auch ein Perchloratgehalt befinde, welcher durch die üblichen Chlorbestimmungsmethoden natürlich nicht gefunden werden konnte. Später hat Dr. Panaotovič nachweisen können, dass verschiedene in der serbischen Staatspulverfabrik Stragare vorgekommene Explosionen auf einen Gehalt an Perchlorat des Salpeters zurückzuführen waren. Endlich hat im Jahre 1897 L. Kelbetz gefunden, dass das Perchlorat im Salpeter nicht gleichmässig vertheilt sei, sondern dass einzelne Krystalle davon eine grössere Menge enthalten als der Rest. Während Kelbetz nun diese verschiedene Zusammensetzung zur Erklärung einzelner Explosionen benutzt, erscheint es dem Verfasser kaum zweifelhaft, diese verschiedene Zusammensetzung auch als Erklärung dafür anzusehen, warum das aus deutschem Salpeter hergestellte Schiesspulver in den Augen englischer Militärs und Jagdliebhaber als minderwerthig gelten konnte. Es ist ohne Weiteres einzusehen, dass ein Pulver, welches local in einzelnen Salpeterkrystallen Bestandtheile enthält, welche ungleich explosiver sind, als der Rest des Pulvers, auch zu ungleichmässiger Wirkung des Pulvers Veranlassung geben müsse.

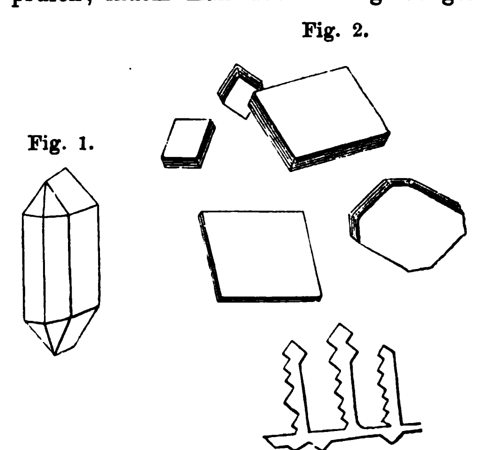
Die Prüfung des zur Schwarzpulverfabrikation dienenden Salpeters erstreckt sich auf die geringste Menge von Chlor- und Natronsalzen. Der Maximalgehalt an Chlornatrium soll in Frankreich nicht mehr als 0,033, in Deutschland 0,010, in England 0,005 Proc. betragen. Da durch das fortgesetzte Auslaugen und Waschen des Salpeters ein so geringer Grad von Verunreinigung durch Chlornatrium erreicht wird, so ist für alle praktischen Zwecke anzunehmen, dass auch andere fremde Salze in gleichem Maasse abwesend sind, und es wird deshalb meist nur auf Chlornatrium geprüft.

Zu diesem Zwecke löst man einige Gramme Salpeter in destillirtem Wasser, am besten in einem Probirgläschen unter Erwärmen, und fügt

einige Tropfen Silbernitratlösung hinzu, wobei nur ein ganz schwaches Opalisiren entstehen darf. In Frankreich erzeugt man eine Silberlösung, welche 9,68 g salpetersaures Silber im Liter enthält, indem man eine beliebige Menge dieses Salzes abwägt, deren Gewicht in Grammen durch 0,00968 dividirt, und die durch den Quotienten angegebene Anzahl von Grammen Wasser hinzufügt. 1 g dieser Normallösung entspricht 0,0033 g Chlornatrium und wird in eine Lösung von 10 g Salpeter gegossen, das Ganze hernach filtrirt und in zwei Theile getheilt, von denen der eine mit Kochsalzlösung, der andere mit Silberlösung versetzt wird. Trübt sich der erste, dann war mehr, trübt sich der andere, dann war weniger als 0,0033 g Kochsalz im Salpeter enthalten.

Man prüft ferner qualitativ auf schwefelsaure und kohlensaure Salze durch Chlorbaryum, und auf Kalk oder Magnesiasalze durch Hinzufügung von oxalsaurem Kali bezw. phosphorsaurem Natron zur ammoniakalisch gemachten Salpeterlösung. Salpetersaures Natron erkennt man an der gelb umsäumten Flamme unter dem Löthrohre, oder indem man den Salpeter mit Alkohol übergiesst und entzündet.

Man kann qualitativ auf Verunreinigungen durch das Mikroskop prüfen, indem man aus einer gesättigten Lösung von Salpeter den Kalisalpeter auskrystallisiren lässt, die Mutterlauge eindampft, wieder krystallisirt, und so noch einige Male, um die letzte Mutterlauge recht reich an Verunreinigungen zu haben. Kalisalpeter hat unter dem Mikroskope die Gestalt von Prismen (Fig. 1), Natronsalpeter von Rhomboëdern (Fig. 2), Chlorkalium (Fig. 3) und Chlornatrium (Fig. 4) von Würfeln mit Treppen.


Fig. 1. Fig. 2.

Zur quantitativen Analyse bestimmt man die Feuchtigkeit durch mässiges Erhitzen einer im Platintiegel gewogenen Probe, bis der Salpeter eben zu schmelzen beginnt, Abkühlen unter dem Exsiccator und Wägen der Differenz.

Das „Unlösliche“, nämlich die in Wasser unlöslichen Bestandtheile, findet man durch Auflösen von etwa 100 g Salpeter in einem mit einem Uhrglase bedeckten Becherglase, Filtriren durch ein bei 100° getrocknetes und gewogenes Filter, Auswaschen, Trocknen und Wägen des Rückstandes.

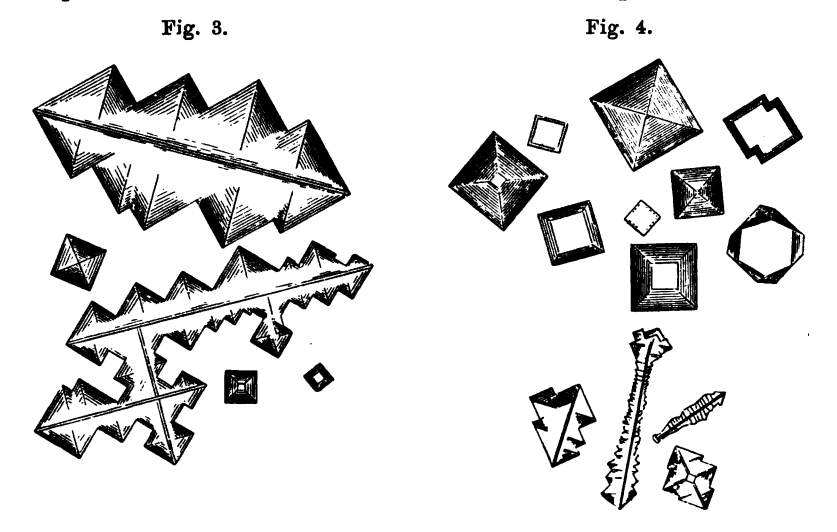
Den Chlorgehalt bestimmt man, indem man etwa 10 g Salpeter abwägt, in heissem Wasser löst, einige Tropfen einer Lösung von einfach chromsaurem Kali hinzufügt und bis zum Erscheinen eines bleibend rothen Niederschlages mit Zehntelnormal-Silberlösung titrirt. 1 ccm derselben entspricht 0,00585 g Chlornatrium.

Den Gehalt an reinem Kaliumnitrat bestimmt man ferner zur Controle mit dem Lunge'schen Gasvolumeter.

Zur Bestimmung des Gehaltes an Perchlorat im Salpeter hat Carl Gilbert im Auftrage der Delegation der vereinigten Salpeterproducenten eine Reihe von Methoden geprüft[1]).

Wenngleich diese Methoden in erster Linie für Chilisalpeter empfohlen werden, so sind sie doch auch für Kalisalpeter verwendbar.

Fig. 3. Fig. 4.



Eine analytische Methode, welche auch bei Gegenwart von Jodat anwendbar ist, wurde von Ahrens und Hett ausgearbeitet und wird gleichfalls von Gilbert empfohlen. 20 g der gehörig zerkleinerten und gesiebten Probe werden in einer flachen Platinschale von circa 200 ccm Inhalt mit 2 bis 3 ccm kaltgesättigter Sodalösung durchtränkt, etwa 1 g chlorfreies Mangansuperoxyd zugefügt und der Inhalt der Schale über kleiner Flamme eingetrocknet; dann wird das Gemisch zum Schmelzen gebracht, wobei man sich zweckmässig des bekannten Maste-Brenners bedient, der eine gleichmässige, gut regulirbare Erhitzung erlaubt. Die Schale wird nun bei aufgelegtem Deckel 15 Minuten lang so stark erhitzt, dass sie dunkle, aber sehr deutlich sichtbare Rothgluth zeigt; dann wird die Flamme entfernt und die erkaltete

---

[1]) Tübingen 1899, Franz Pietzcker.

Schmelze mit ca. 100 ccm heissem Wasser übergossen, kurz bis zur Lösung erhitzt, das am Deckel Haftende mit heissem Wasser abgespritzt und der Inhalt in einen 250 ccm-Kolben gebracht; nach dem Erkalten wird zur Marke aufgefüllt und durch ein Faltenfilter filtrirt. 50 ccm (entsprechend 4 g Salpeter) des stets klaren Filtrats werden in ein Becherglas abpipettirt, mit 10 bis 15 ccm HNO_3 (1,20 spec. Gew.) angesäuert und unter Umrühren 1 procentige Kaliumpermanganatlösung zugetröpfelt, bis die anfangs sofort verschwindende rothe Färbung eine Minute bestehen bleibt. Nach beendigter Oxydation wird Eisenalaun zugesetzt und nach Volhard titrirt. Andererseits werden 20 g der ursprünglichen Probe ebenfalls zu 250 ccm gelöst, filtrirt und in 50 ccm (= 4 g Salpeter) die Chloride bestimmt. Aus der Differenz der verbrauchten Cubikcentimeter $^1/_{10}$-Normal-Silberlösung vor und nach dem Schmelzen wird das Perchlorat — als Kaliumperchlorat — berechnet.

Nach Mennicke (Landw. Versuchsstation 1898, S. 230) bestimmt man Chlorid, Chlorat und Perchlorat wie folgt: Man glüht den Natronsalpeter unter Zusatz von etwas Alkalihydrat oder Carbonat, und bestimmt dann das Chlor, welches die Summe aller Chlorverunreinigungen ergiebt. Man lässt dann 5 g Salpeter mit 10 g chlorfreiem Zinkstaube und 150 ccm einer einprocentigen Essigsäurelösung eine halbe Stunde lang schwach kochen, und das im Filtrate bestimmte Chlor giebt Chlorid und Chlorat. Schliesslich bestimmt man das Chlorid in der üblichen Weise für sich allein.

B. Schwefel.

In früherer Zeit wurde der Schwefel zur Erzeugung von Schwarzpulver hauptsächlich aus Sicilien bezogen, doch wird in letzterer Zeit sehr viel bei dem Chance-Claus'schen Verfahren zur Schwefelgewinnung aus Sodarückständen gewonnen. Während der Chance-Claus'sche Schwefel nach seiner Gewinnung vollständig rein und sogar von besonderer Güte ist und deshalb ohne Weiteres zur Fabrikation verwendet werden kann, muss der sicilianische Schwefel erst einem Läuterungs- oder Reinigungsprocesse unterworfen werden. Derselbe erfolgt gewöhnlich in eisernen Kesseln oder Retorten, welche in einer Feuerung liegen und deren hinteres Ende mit einer grossen Condensationskammer verbunden ist. In dieser Kammer condensiren die ersten Antheile als Schwefelblumen, und erst später, wenn die Dämpfe tief violett werden, lässt man sie durch ein wassergekühltes Rohr treten, wo sie sich condensiren und als gelbe Flüssigkeit in ein Sammelgefäss laufen. Man lässt den Schwefel sodann bis etwa unter 115° abkühlen und schöpft ihn in mit Wasser befeuchtete Holzgefässe, wo er schliesslich zu Kuchen erstarrt. Die in der Kammer condensirten Schwefelblumen werden wieder der Destillation unterworfen.

Schwefelblumen sind zur Pulverfabrikation ungeeignet, da sie nicht unerhebliche Mengen von schwefliger Säure und Schwefelsäure enthalten.

Der Rohschwefel wird in Deutschland auf Schwefelsäure und schweflige Säure geprüft, indem er fein gerieben und mit destillirtem Wasser gekocht wird, wobei in die Flüssigkeit getauchtes blaues Lackmuspapier nicht roth gefärbt werden darf. Die meisten Fabriken schicken solchen Schwefel wieder an den Lieferanten zurück, sonst muss er gekleint und gewaschen werden.

Auf Erden und Oxyde wird der Schwefel geprüft, indem er in einen Porcellantiegel gebracht und unter einer Glocke vollständig verbrannt wird, wobei kein Rückstand verbleiben darf.

Man prüft den Schwefel auf Arsen (worauf eine hellgelbe oder röthliche Farbe schliessen lässt), indem man den fein geriebenen Schwefel längere Zeit mit Salpetersäure kocht, die salpetersaure Flüssigkeit abgiesst und mit Ammoniumcarbonat neutralisirt. Auf Zusatz von salpetersaurem Silber darf der charakteristische gelbe Niederschlag von Silberarsenit nicht auftreten. Oder man behandelt den Schwefel mit wässerigem Ammoniak und versetzt dieses mit Salzsäure; ein ausfallender gelber Körper ist Schwefelarsen.

In Belgien wird der Schwefel, mit der vierfachen Menge Salpeter gemischt, in einen warmen Schmelztiegel eingetragen und erhitzt. Die Schmelze wird gelöst und mit verdünnter Schwefelsäure versetzt. Nachdem man das Wasser verjagt hat, giesst man Alkohol auf den Rückstand und legt einen Zinkstreifen in die Flüssigkeit. Bedeckt sich derselbe mit einer schwarzen, blätterigen Schicht, so enthält der Schwefel Arsen. In allen Fällen, in welchen Arsen nachgewiesen wird, darf der Schwefel nicht zur Anfertigung von Pulver gebraucht werden.

In Frankreich entnimmt man jedem Blocke eine kleine Menge, welche so ziemlich die verschiedenen Theile der ganzen Masse repräsentirt. Man mischt die verschiedenen Muster und erhält so ein Durchschnittsmuster für den Tag. Durch Sieben theilt man dieses Muster in drei Korngrössen, entnimmt von jeder Grösse ungefähr ein Viertel und mischt Alles in einem Mörser. Von dieser Mischung werden 500 g zum Versuche genommen. Die Versuchsmenge wird in einem kleinen Tiegel zur Rothgluth erhitzt; man lässt abkühlen, löst den Rückstand sorgfältig ab und wägt. Schwefel dritter Güte darf nicht mehr als 15 g Rückstand enthalten.

Die Bestimmung der Säure erfolgt ebenso wie in Deutschland.

Die Prüfung des gereinigten Schwefels erfolgt ebenso wie die des Rohschwefels, jedoch darf in England der Rückstand beim Verbrennen nicht mehr als 0,25 Proc. betragen; in der Schweiz und Frankreich soll der Schwefel gar keinen Rückstand hinterlassen.

Der Schwefel ist bei gewöhnlicher Temperatur fest, unlöslich in Wasser, ein wenig löslich in Alkohol, Theer und Benzin, und im Allgemeinen in fetten und ätherischen Oelen. 100 Thle. Schwefelkohlenstoff lösen warm 73 Thle. und kalt 38 Thle. Schwefel auf. Das specifische Gewicht des Schwefels ist 2,087. Er schmilzt bei 111° und siedet bei 460°. Bei 112° ist er hellgelb und dünnflüssig, bei 140° dunkelgelb und zähflüssig, zwischen 170 und 200° wird er dick und dunkelbraun und fliesst nicht mehr aus, selbst wenn man den Tiegel umkehrt. Ueber diese Temperatur hinaus erhitzt, wird er wieder flüssig. Bei 440° beginnt er zu sieden und bildet braunrothe Dämpfe. Wird er bei dieser Temperatur in kaltes Wasser gegossen, so bleibt er plastisch, durchsichtig, und elastisch wie Kautschuk.

Erhitzt man geschmolzenen Schwefel auf 120° und giesst, sobald ein Theil an den Wänden des Gefässes erstarrt ist, die Flüssigkeit ab, so verbleiben in dem Tiegel monoklinische, schiefrhombische Säulen. Aus einer Lösung von Schwefelkohlenstoff, Benzol und dergl. jedoch scheidet sich der Schwefel in durchsichtigen Rhomboëdern ab. Aehnliche Krystalle entstehen bei der Sublimation.

Schwefel ist ein schlechter Leiter der Elektricität, aber beim Reiben wird er selbst stark elektrisch. In einem Mörser gerieben, bildet er am Stössel Klumpen in Folge entwickelter Elektricität. Mit Metallen in Berührung gebracht, erzeugt er elektrische Strömungen. Diese Eigenschaft des Schwefels ist von grosser Wichtigkeit bei der Erzeugung von Schwarzpulver, und kann bei Ausserachtlassung von Vorsicht zu gefährlichen Bränden und selbst zu Explosionen führen.

C. Holzkohle.

Ebenso sehr als von der vollkommenen Reinheit des Salpeters und Schwefels, welche Materialien leicht von einer constanten Beschaffenheit zu erhalten sind, hängt die Güte eines Schwarzpulvers von der dazu benutzten Holzkohle, namentlich von ihrer Reinheit, Gleichförmigkeit und Entzündlichkeit ab, welche letztere sich wieder nach der Holzart, den einzelnen Theilen des Baumes, dem Verkohlungsapparate und der Verkohlungstemperatur richtet. Nicht jedes Holz liefert bei gleicher Verkohlung eine taugliche Pulverkohle und nicht jede Methode der Verkohlung eignet sich zu ihrer Darstellung, weshalb der Fabrikant die grösste Vorsicht auf die Wahl des Kohlenholzes, sowie auf die Fabrikation der Kohle selbst verwenden muss, wenn er eine leicht zerreibliche und leicht entzündliche Kohle haben will, die bei ihrer Aufbewahrung wenig Feuchtigkeit aus der Luft anzieht, bei ihrer Verbrennung wenig Asche hinterlässt und allen den Anforderungen entsprechen soll, welche bei ihrer Verwendung zu Schwarzpulver gestellt werden müssen.

Ueber die Erzeugung von Holzkohle ist Ausführliches in Muspratt's Chemie Bd. IV, S. 362 zu finden. Wir wollen uns hier darauf beschränken, die bei der Pulverfabrikation besonders hervortretenden Umstände anzuführen. Je geringer das specifische Gewicht einer Holzart ist, desto leichtere und entzündlichere Kohle wird sie liefern, vorausgesetzt, dass das Holz kein oder wenig Harz enthält. Die Erfahrung hat gezeigt, dass für Gewehrpulver Faulbaumholz, für Sprengpulver Weiden- und Erlenholz, und für Jagdpulver gleichfalls Faulbaumholz am geeignetsten sind. In einzelnen Fabriken verwendet man auch Hanfstengel, Haselholz und andere Holzarten.

Die Bäume werden zu einer Zeit gehauen, in der sie, wie im Frühjahre, in vollem Safte stehen, noch wenige salzige Lösungen enthalten, und deshalb beim Verkohlen weniger Salz in der Kohle zurücklassen. Meist wird sodann das Holz einige Jahre lang aufbewahrt, um es vollständig zu trocknen. Faulbaumholz bewahrt man am meisten unter Dach auf, andere Hölzer im Freien, um dem Regen Gelegenheit zu geben, die in dem Holze enthaltenen Säfte auszuwaschen und durch den Einfluss von Luft und Wärme eine Zerstörung der Spiralgefässe herbeizuführen. Um eine möglichst vollständige Verkohlung zu erreichen, verwendet man dünne Zweige und spaltet die dickeren. In Deutschland sollen die Aeste höchstens 40 mm stark sein, möglichst gerade und von etwa 63 cm Länge, in Frankreich 10 bis 35 mm dick für Faulbaumholz und 27 bis 70 mm für weiche Hölzer und 1,25 bis 1,30 m lang. Die Länge und die Dicke richten sich gewöhnlich nach den Dimensionen der Retorten.

Die physikalischen Eigenschaften der Kohle hängen von der Höhe der Temperatur ab, in welcher sie erzeugt wurde. Unter 270° erhält man keine eigentliche Kohle. Die bei dieser Temperatur hergestellte heisst Rothkohle, sie ist braunroth und etwas zerreiblich, und wird hauptsächlich zu Jagdpulver verwendet. Je höher dann die Temperatur steigt, desto dunkler wird die Kohle, und bei 340° fängt sie an, schwarz zu werden. Uebersteigt die Temperatur nicht 432°, so lässt sich die Kohle leicht zerkleinern, hat einen glatten Bruch, welcher das Holzgefüge sehen lässt, und zeigt viele Querrisse, aber keine Längsrisse. Je höher die Temperatur der Verkohlung wächst, desto geringer ist das Absorptionsvermögen der Kohle für Luftfeuchtigkeit. Selbstverständlich absorbiren gepulverte Kohlen ungefähr zweimal so viel Wasser als Stückkohlen. Je langsamer das Holz verkohlt wird, desto grösser wird die Ausbeute, und desto grösser ist der Gehalt an Kohlenstoff. Faulbaumholz enthielt bei langsamer Verkohlung 82,106 Proc. Kohlenstoff, bei rascher Verkohlung aber nur 79,089 Proc. Kohlenstoff. Rothkohle löst sich fast ganz in Kali- oder Natronlauge, die Löslichkeit nimmt aber rasch ab, und Kohlen, die bei 340° und darüber erzeugt sind, sind unlöslich in diesen Lösungsmitteln.

Die entzündlichste unter den Holzkohlen entzündet sich bei 300°

von selbst; es ist die des Weidenschwammes. Die Kohlen aller anderen Hölzer, bei constanter Temperatur von 300° bereitet, entzünden sich nach Violette zwischen 360 und 380°. Wird bei der Darstellung der Kohle der Hitzegrad gesteigert, so findet die Entzündung bei sehr ungleichen Temperaturen statt. Letztere nehmen mit der Temperatur der Verkohlung zu:

Temperatur der Verkohlung	Temperatur der Entzündung
260 bis 280°	340 bis 360°
290 „ 350°	360 „ 370°
432°	ca. 400°
1000 bis 1500°	600 bis 800°

Mischt man aber die Kohlen mit Schwefel, so erfolgt die Entzündung an der Luft bei einer viel niedrigeren Temperatur als ohne diesen Zusatz. Werden nämlich die bei Temperaturen zwischen 270 und 400° bereiteten Kohlen mit Schwefel gemengt, so entzünden sie sich bei 250° und brennen ganz ab; werden hingegen die bei Temperaturen zwischen 1000 und 1500° bereiteten Kohlen mit Schwefel gemengt auf 250° erhitzt, so verbrennt nur der Schwefel und die Kohlen bleiben unversehrt (Violette).

Ebenso wie die Entzündlichkeit ist die Fähigkeit der Kohle, den Salpeter zu zersetzen, verschieden; auch hier hat der Hitzegrad, bei welchem die Kohle dargestellt wurde, einen Einfluss. Die bei Temperaturen zwischen 270 und 432° bereiteten Kohlen zersetzen den Salpeter bei 400°, die bei Temperaturen zwischen 1000 und 1500° bereiteten Kohlen zersetzen den Salpeter erst bei der Rothglühhitze.

Zusammensetzung des Schwarzpulvers.

Da das Schwarzpulver selbst bei der sorgfältigsten Herstellung alle Nachtheile beibehält, welche einem mechanischen Gemenge zukommen, so lässt sich eine theoretisch vollkommen richtige Dosirung nicht herstellen. Man ist deshalb auf Erfahrungsresultate angewiesen, und schon in den frühesten Zeiten versuchte man auf empirischem Wege die richtigsten Mischungsverhältnisse herauszufinden. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass Schwarzpulver verschiedene Zwecke zu erfüllen hat, weil man ja beim Kriegspulver hauptsächlich Triebkraft, beim Jagdpulver rasche Entzündlichkeit und Verbrennung, beim Sprengpulver aber eine möglichst grosse Menge von Gasen bei hoher Temperatur verlangt.

Zu allen Zeiten hat das Schwarzpulver aus Salpeter, Schwefel und Holzkohle bestanden. Zu Ende des vorigen Jahrhundertes hat Berthollet Versuche zur Erfindung des besten Pulvers gemacht und gelangte zu dem Ergebnisse:

80 Thle. Salpeter,
5 „ Schwefel,
15 „ Holzkohle.

Dagegen hat Berthelot in neuerer Zeit das theoretische Verhältniss berechnet, welches ein Maximum an Wärme und ein Minimum an verbrennbaren Producten ergeben würde und fand dasselbe als:

84 Thle. Salpeter,
8 „ Schwefel,
8 „ Holzkohle.

Nimmt man an, dass die Kohle aus reinem Kohlenstoffe bestehe, so ist das stöchiometrische Verhältniss für die Formel:

$2 KNO_3 + S + 3 C$ = 74,84 Thle. Salpeter, 11,84 Thle. Schwefel und 13,32 Thle. Holzkohle.

Die älteste Mischung in Deutschland soll aus gleichen Theilen von Salpeter, Schwefel und Kohle bestanden haben.

Im Jahre 1546 wird für

	grobes Geschütz	mittleres	Büchsen
Salpeter	50	66,7	84,3
Schwefel	33,3	20	8,3
Kohle	16,7	13,3	7,3

angegeben.

In seinem Kriegsbuche von 1555 erwähnt Fronsperger:

$66^6/_9$ Thle. Salpeter, $22^2/_9$ Thle. Schwefel, $11^1/_9$ Thle. Kohle.

Im Jahre 1649 wird empfohlen für

	grobes Geschütz		Gewehre		Pistolen	
Salpeter	68,8	70,0	72,5	75,5	78,7	85,6
Schwefel	16,6	14,0	13,0	11,2	9,4	8,5
Kohle	16,6	16,0	14,5	13,3	11,9	5,9

Im Jahre 1774 war in Preussen üblich für

	grobes Pulver	feines Pulver
Salpeter	74,4	80
Schwefel	12,3	10
Kohle	13,3	10

Im Anfange dieses Jahrhundertes wurden in Preussen genommen:

75 Thle. Salpeter, 10 Thle. Schwefel, 15 Thle. Kohle,

bald aber durch folgende Vorschrift verdrängt:

75 Thle. Salpeter, 11,5 Thle. Schwefel, 13,5 Thle. Kohle.

In Frankreich hat im Jahre 1598 Boillot in seinen „Modelles artifices de feu" und ebenso im Jahre 1619 de Bry als beste Mischung empfohlen:

75 Thle. Salpeter, 12,5 Thle. Schwefel, 12,5 Thle. Kohle.

Im Jahre 1686 wurden

76 Thle. Salpeter, 12 Thle. Schwefel, 12 Thle. Kohle

genommen, im Jahre 1696 aber das ursprüngliche Verhältniss wieder angewendet. In Folge von Versuchen, welche im Jahre 1794 durchgeführt wurden, nahm man sodann das Mischungsverhältniss mit

76 Thle. Salpeter, 9 Thle. Schwefel, 15 Thle. Kohle an.

Im Jahre 1800 wurde die Schweizer Zusammensetzung

76 Thle. Salpeter, 10 Thle. Schwefel, 14 Thle. Kohle

adoptirt, doch kam man im Jahre 1808 auf die alte Zusammensetzung zurück, welche bis heute noch verwendet wird.

In Schweden änderte sich der Satz folgendermaassen:

	1726	1770	1827
Salpeter	73	75	75
Schwefel	10	16	15
Kohle	17	9	10

Die heutigen Vorschriften für Gewehrpulver sind in den nachbenannten Staaten folgende:

	Belgien	China	Deutschland	England	Frankreich	Holland
Salpeter	75,5	75	74	75	75	70
Schwefel	12,0	10	10	10	10	14
Kohle	12,5	15	16	15	15	16

	Italien	Oesterr.-Ungarn	Persien	Portugal	Russland
Salpeter	75	75	75	75,7	75
Schwefel	10	10	12,5	10,7	10
Kohle	15	15	12,5	13,6	15

	Schweden	Schweiz	Spanien	Türkei	Ver. Staaten
Salpeter	75	75	75	75	75
Schwefel	10	11	12,5	10	10
Kohle	15	14	12,5	15	15

Für Geschützpulver hat man folgende Verhältnisse:

	Deutschland	England	Frankreich	Oesterr.-Ungarn	Schweiz
Salpeter	74	75	75	74	75
Schwefel	10	10	10	10	10
Kohle	16	15	15	16	15

Für Jagdpulver, wo möglichst rasche Verbrennung verlangt wird, verwendet man gewöhnlich Rothkohle statt Schwarzkohle. Aufzeichnungen über die Satzverhältnisse des Jagdpulvers zu verschiedenen Zeiten finden sich fast gar nicht vor. Die gegenwärtige Zusammensetzung ist in

	Deutschland	England	Frankreich	Oesterr.-Ungarn	Schweiz
Salpeter	78	75	78	75,95	78
Schwefel	10	10	10	9,43	9
Kohle	12	15	12	14,62	13



Beim Sprengpulver verlangt man hauptsächlich, dass es wenig koste und eine grosse Menge von Gasen entwickle. Man hat es versucht, diesen Anforderungen dadurch zu entsprechen, dass man den Gehalt an Salpeter verringerte und dafür den von Kohle oder Schwefel oder von beiden erhöhte. In Folge des geringeren Gehaltes an Salpeter ist die Verbrennung jedoch eine langsamere, und da dies zur Folge hat, dass die Gase Zeit haben, durch die Gesteinsspalten zu entweichen und mehr Kohlenoxyd gebildet wird, als für die gute Wetterführung in den Gruben dienlich ist, so haben insbesondere Privatpulverfabriken in Deutschland den Gehalt an Salpeter wieder bedeutend erhöht, und man ist selbst dazu gelangt, Sprengpulver von 78 Proc. Salpetergehalt zu erzeugen, was wohl übertrieben ist. Die gegenwärtige Zusammensetzung von Sprengpulver in verschiedenen Ländern ist folgende:

	Deutschland	England	Frankreich
Salpeter	70	75	72
Schwefel	14	10	13
Kohle	16	15	15

	Italien	Oesterr.-Ungarn	Russland
Salpeter	70	60,19	66,6
Schwefel	18	18,45	16,7
Kohle	12	21,36	16,7

In gewissem Sinne gehört zum Schwarzpulver das sogenannte braune oder Cacaopulver, welches statt der Holzkohle verkohltes Roggenstroh oder leicht gebrannte Holzkohle enthält.

Die Zusammensetzung desselben ist

79 Thle. Salpeter, 18 Thle. Kohle, 3 Thle. Schwefel.

Erzeugung des Schwarzpulvers.

Allgemeines. Die Herstellung des Schwarzpulvers ist eine im Allgemeinen höchst einfache. Die einzelnen Materialien werden sorgfältigst zerkleinert und gründlich mit einander gemischt. Die entweder feucht oder trocken hergestellte Mischung wird zu einem Kuchen verdichtet, der Kuchen gebrochen und zu Körnern zerkleinert, welche dann verschiedene Bearbeitung durch Poliren, Graphitiren, Stäuben, Trocknen u. s. w. erfahren.

Da gegenwärtig Schwarzpulver fast nur mehr zu Jagd- und Sprengzwecken verwendet wird, so können wir uns in der Beschreibung seiner Erzeugung kurz fassen.

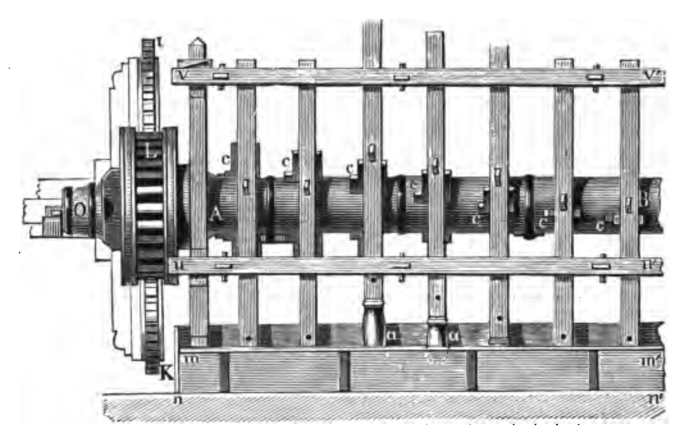
Die gute Wirkung des Schwarzpulvers hängt hauptsächlich von der möglichst innigen Mischung der Bestandtheile, die regelmässige Wirkung von der Gleichmässigkeit der Mischung der einzelnen Be-

standtheile, sowie der gleichmässigen Korngrösse, die Leistung bei gleichen Verhältnissen von der Grösse der Körner und der Dichtigkeit der Ladung ab.

Darstellung der Pulvermasse. Während man in früherer Zeit die drei Bestandtheile des Pulvers gleichzeitig in einer einzigen Maschine

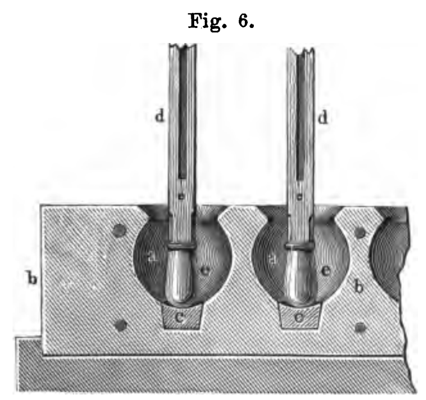


Fig. 5.



bearbeitete, lässt man jetzt stets die Rohmaterialien vorher sorgfältig vorbereiten, wobei man gewöhnlich die Kohle und den Schwefel zusammen vermahlt und dann erst die drei Bestandtheile zusammen vermengt und dichtet. Bekannt sind die Stampfmühlen, mit welchen man schon in den frühesten Zeiten das Pulver herstellte. Sie sind zum Theile auch noch heute im Gebrauche und Fig. 5 zeigt eine solche Stampfmühle, während in Fig. 6 zwei Stampflöcher und Stempel im Detail ersichtlich sind. Sie bestehen aus einer Anzahl von Pochstempeln a, welche durch eine Daumenwelle A und die Daumen c abwechselnd in die Höhe gehoben und sodann fallen gelassen werden. Die Daumenwelle wird durch ein Kammrad K angetrieben, welches mit einem auf der Daumenwelle befindlichen Kammrade L in Verbindung ist. Die Stampflöcher sind ungefähr sphärisch mit einer trichterförmigen Erweiterung am oberen Rande. Auf dem Boden haben sie ein Stück harten Hirnholzes c (Fig. 6) eingesetzt. Der Stampfblock

Fig. 6.



ist aus Eichen- oder Buchenholz, die Stempel aus Buchen- oder Ahornholz. Letztere haben an ihrem Untertheile einen birnförmigen Ansatz *e* aus Bronze und dieser wird an den Stempeln befestigt, indem man einen Keil in einen Spalt eintreibt. Das Gewicht eines Stempels schwankt zwischen 20 und 30 kg und die Fallhöhe beträgt gewöhnlich 0,432 m. Jedes Stampfloch nimmt 8 kg Masse auf.

Stampfmühlen kommen, wie gesagt, allmälig ausser Gebrauch, weil sie eine zu heftige Bearbeitung geben und zu viel Zeit erfordern, um ebenso gründlich zu mischen als andere Maschinen. Gegenwärtig sind hauptsächlich Trommeln und Kollergänge im Gebrauche, erstere meist nur für Jagdpulver und in England überhaupt nur ausnahmsweise verwendet. Kollergänge waren schon im Jahre 1540 bekannt und ihre Einrichtung ist wohl Jedermann geläufig.

Zur Vorbereitung der einzelnen Materialien werden folgende Maschinen verwendet.

Der Salpeter bedarf gewöhnlich keiner besonderen vorherigen Zerkleinerung, weil er schon als feines Krystallmehl in den Handel kommt. Wo dies jedoch erwünscht ist, bedient man sich irgend einer Mühle, welche entweder zwischen Steinen oder besser, wie bei der Excelsiormühle von Gruson, zwischen zwei gezahnten Scheiben die Zerkleinerung bewerkstelligt.

Ebenso werden diese Excelsiormühlen zur Zerkleinerung von Schwefel benutzt, haben aber dann über dem Einlauftrichter einen aus zwei Walzen bestehenden Vorbrecher.

Die Kohle wird meist in Glockenmühlen, welche ähnlich wie die bekannten Kaffeemühlen construirt sind, vorgebrochen.

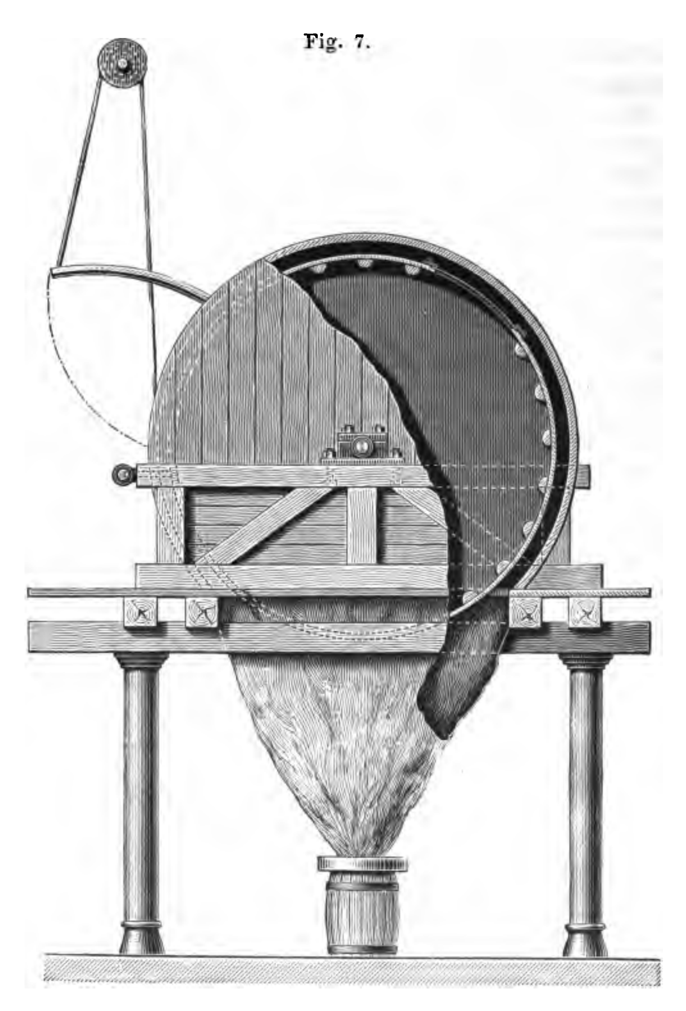
In Deutschland und Frankreich zieht man es vor, die Zerkleinerung der einzelnen Bestandtheile in Trommeln vorzunehmen. Fig. 7 (a. f. S.) zeigt eine deutsche Kohlentrommel, Fig. 8 (a. S. 27) eine französische Trommel. Sie bestehen aus einer in einen Kasten staubdicht eingesetzten Trommel, die an der inneren Peripherie eine Anzahl von hölzernen Leisten angesetzt enthält. Durch eine Eintragethür wird die Kohle, oder die anderen zu zerkleinernden Materialien, und damit zugleich Eisen- oder Bronzekugeln, je nach dem Materiale, eingebracht, welche von den Leisten abprallen und gegen die Mitte zu fliegen. Die Entleerung erfolgt durch eine Gosse und einen angehängten Ledersack in bereitstehende Tonnen.

Schwefel und Salpeter werden häufig zusammen gekleint, weil der Schwefel sich allein zusammenballen würde. Die Schwefeltrommeln sind meist mit Sohlenleder bekleidet; auch haben sie sehr häufig Oeffnungen mit zwei beweglichen Thüren, eine volle, welche die Trommel während des Kleinens abschliesst, und eine mit einem Siebe versehene, um die gekleinte Masse zu entleeren.

Salpetertrommeln werden gewöhnlich mit 100 kg Salpeter und 100 kg Bronzekugeln von 13 mm Durchmesser beschickt. Die Dauer

des Kleinens ist für Gewehrpulver drei Stunden, für Geschützpulver nur 15 Minuten. Schwefeltrommeln erhalten zwischen 30 bis 50 kg Schwefel mit dem doppelten Gewichte von Bronzekugeln von etwa 13 mm Durchmesser. Die Dauer des Kleinens ist von einer bis drei

Fig. 7.



Stunden. Werden Schwefel und Salpeter zusammen gekleint, so kommen je 50 kg von jedem mit 100 kg Bronzekugeln in die Trommel.

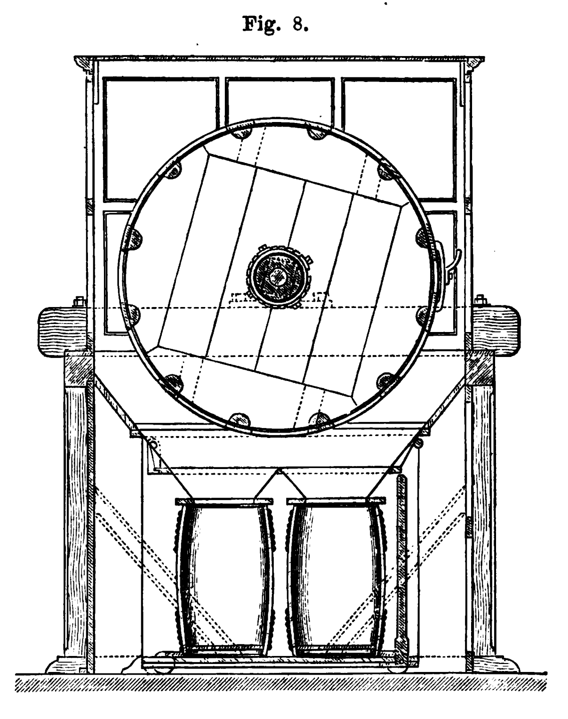
Die Kohlentrommeln sind in verschiedenen Ländern von verschiedener Grösse und deshalb auch die Beschickung nicht gleich.

Um die beim Zerkleinern des Schwefels häufig vorkommenden Brände zu verhüten, versieht Hermann Güttler in Reichenstein seine Schwefeltrommeln mit einer Ableitung zur Erde, weil er zu der

Ueberzeugung gelangt ist, dass diese Brände elektrischen Erscheinungen zuzuschreiben sind.

Wenn die Materialien sämmtlich gekleint sind, so werden sie in besonderen Mengetrommeln einer vorläufigen Mischung unterworfen. In England ist diese Trommel aus Kupfer oder Messing hergestellt, hat ungefähr 820 mm Durchmesser und 450 mm Breite. Durch die Trommel geht eine Welle hindurch, an welcher acht Reihen gabelförmiger Bronzearme befestigt sind. Die Rührwelle bewegt sich in entgegengesetzter Richtung zur Trommel. Erstere macht 80, letztere 40 Umdrehungen per Minute. Nach fünf Minuten langem Mischen wird die Trommel entleert und der Inhalt von Hand gesiebt, um etwa hineingefallene Holzstücke, Nägel und dergleichen zurückzuhalten. Eine solche Mischung wird „Green charge“ genannt.

Fig. 8.



Die Pulvermasse wird nun in die zum innigen Mengen und Dichten bestimmten Maschinen gebracht. Wo man Stampfmühlen dazu verwendet, wird Wasser zugegossen, bis die Masse davon etwa 20 Proc. enthält. Man legt dann über die Stempel Deckel, die sogenannten Staubläden, giebt dem die Stampfen antreibenden Wasserrade oder der Transmission zuerst eine allmälige Bewegung und steigert die Geschwindigkeit nach und nach. Nach einer Viertelstunde wird nachgesehen, ob die Stempel nicht durch den Satz auf den Boden schlagen. Dies kann nämlich sehr leicht erfolgen, wenn die Masse zu feucht ist. Sie spritzt dann umher und legt sich an die Wände des Mörsers, wodurch ein Theil der Masse der Einwirkung des Stempels sich entzieht. Andererseits darf die Pulvermasse aber auch nicht zu trocken sein, weil sie sonst verstäubt und die Stempel nur die Masse im Grunde des Mörsers zusammenschlagen. Bei richtiger Beschaffenheit bildet sie einen Teig, welcher durch den Schlag der Stempel an den Wänden

des Mörsers hinaufgetrieben wird, durch die Neigung desselben sich allmälig loslöst und wieder unter die Stempel zurückfällt. So vollkommen übrigens die Köpfe der Stempel und die Form der Stampflöcher auch sein mögen, so geschieht es doch, dass sich auf dem Boden und an den Stempeln eine fest geballte Masse ansetzt, welche bei fortdauerndem Stampfen so erhärtet, dass eine Entzündung erfolgen kann. Um dies zu vermeiden, muss das sogenannte Wechseln oder Umsetzen erfolgen. Es wird nämlich, nachdem das Wasserrad gestellt und die Stempel gehoben sind, der Satz des ersten Stampfloches in einen Behälter gegeben und dabei Sorge getragen, dass die vorhandenen Klumpen mit der Hand zerdrückt und alles dasjenige, was in und um das Stampfloch sich festgesetzt hat, abgekratzt werde, wozu man sich eines eigenen, aus starkem Kupferbleche angefertigten, schaufelartigen Werkzeuges bedient. In dieses entleerte Stampfloch wird der Satz des zweiten unter gleicher Behandlung gebracht und so fort, während der Satz des ersten in das letzte Loch eingetragen wird. Zur Beschleunigung der Arbeit wird bei zehn Stampflöchern dieses Umsetzen von zwei Arbeitern in dem ersten und sechsten Stampfloche zu gleicher Zeit begonnen.

Das Umsetzen der Masse geschieht das erste Mal nach 2000 Schlägen und wird sodann nach je 4000 Schlägen wiederholt. Bei dieser Gelegenheit wird zugleich der Satz befeuchtet, wenn er zu trocken geworden ist, was der Beurtheilung des geübten Arbeiters überlassen bleibt, da wegen der Abhängigkeit von der Temperatur genaue Vorschriften nicht gegeben werden können. Dieses Befeuchten geschieht aber immer nur mit kleinen Mengen Wassers, worauf der Satz mit den Händen umgearbeitet wird, was gewöhnlich ein Arbeiter in zwei Stampflöchern zugleich verrichtet. Um nichts von der Masse zu verlieren, die sich an den Händen der Arbeiter beim Umsetzen und Abkehren ansetzt, werden die Arbeiter angehalten, sich die Hände in eigenen Eimern zu waschen, deren Wasser sodann zum Befeuchten benutzt wird. Die Kruste, welche sich von Zeit zu Zeit an dem Bronzebeschlage der Stempel ansetzt, wird nicht durch Abklopfen und dergleichen, was das Lockerwerden der Stempel verursachen könnte, hinweggeschafft, sondern dadurch, dass man nach beendetem Stampfen die Stempel in eigenen, mit Wasser gefüllten Gefässen über den zugedeckten Mörsern die Nacht hindurch stehen lässt und dann am folgenden Morgen reinigt und trocknet.

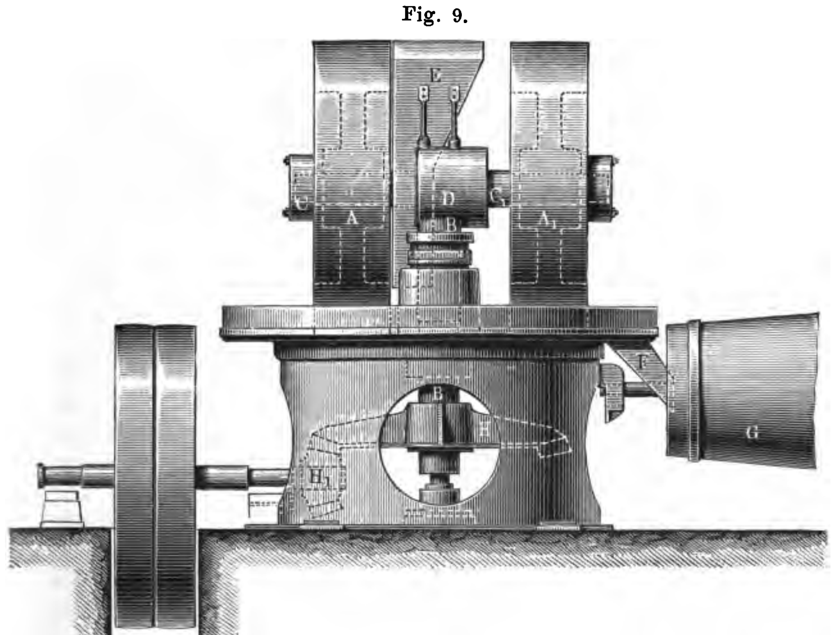
Die Anzahl der Stösse beläuft sich im Allgemeinen auf 55 bis 60 in der Minute. Die Dauer des Stampfens ist auf den einzelnen Mühlen ganz verschieden, sie bewegt sich in der Regel zwischen 14 und 36 Stunden.

Bei den Werken der neueren Einrichtung erfolgt derselbe Vorgang, wie er soeben angegeben wurde, nur werden die einzelnen Bestandtheile nicht in Stampfmühlen, sondern in Trommeln zuvor ge-

kleint. Die Bearbeitungszeit ist in diesem Falle auf 36 Stunden festgesetzt, und die Menge des Anfeuchtewassers beträgt hierbei nur 4 bis 9 Proc.

In Oesterreich, Frankreich und anderen Ländern hat man zum Theile andere Stampfen, und damit wechselt auch sowohl die Menge des behandelten Satzes, wie die Zeit seiner Bearbeitung. Bis vor wenigen Jahren hat man das Mengen und Dichten des Satzes mit Vorliebe in Trommeln vorgenommen. Dieselben sind aus Sohlenleder innerhalb eines Holzgerippes hergestellt und sämmtliche Beschläge aus Bronze gemacht. Ihr Durchmesser wechselt von 0,8 bis zu 1 m, und ihre Länge von 1 bis $1^1/_2$ m. Sie werden meist mit 100 kg Satz

Fig. 9.

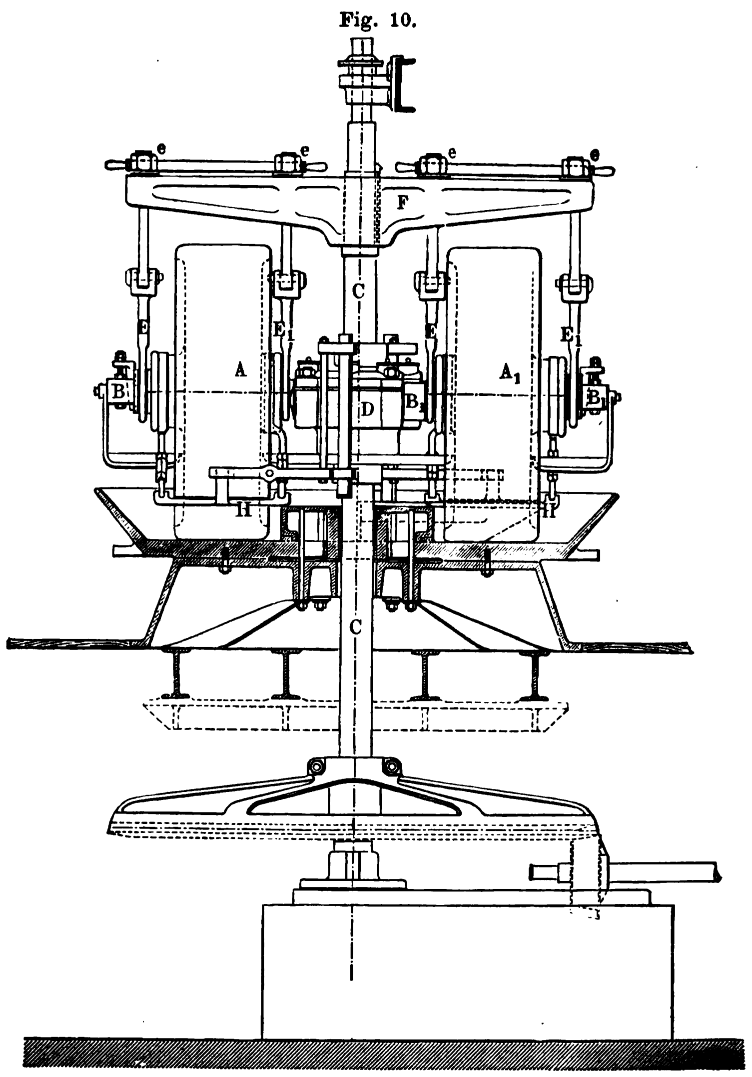


beschickt und zum Mengen dienen in Deutschland und Frankreich Pockholzkugeln von 30 bis 50 mm Durchmesser, in anderen und auch in den vorgenannten Ländern zu manchen Pulvergattungen Bronzekugeln von 5 bis 12 mm Durchmesser. Die Mengungsdauer beträgt von 1, $1^1/_2$ bis 3 Stunden, die Umdrehungszahl wechselt mit dem Durchmesser, gewöhnlich nimmt man eine Umfangsgeschwindigkeit von 0,5 bis 0,6 m pro Secunde an.

Die Kollermühlen oder Kollergänge sind gewöhnlich von der in Fig. 9 abgebildeten Form. Sie bestehen aus einem gusseisernen Bette, in welchem eine verticale Achse B von einem Kegelradpaare HH_1 angetrieben rotirt. Die Achse trägt einen horizontalen Kreuzkopf D,

auf welchem in gleicher Entfernung von der verticalen Achse die Wellen $C C_1$ so gelagert sind, dass sich jede mit dem auf ihr aufgekeilten Läufer A und A_1 unabhängig aufwärts bewegen kann. Die Gosse E dient zum Aufschütten der Materialien und an der Haupt-

Fig. 10.



welle sind Schaber befestigt, welche das Material vom Boden abstreichen. Die Gosse F an der Seite des Bettes dient zum Entleeren der gekleinten Materialien, wozu manchmal eine Sichtmaschine G dient.

Wilh. Klüppelberg und Uhland machen ihre Kollergänge mit einem Bette aus Eichenhirnholz, um bei etwaigem Herunterfallen

der Läufer von einem grösseren Stücke des Kuchens Explosion zu vermeiden. Gruson vermindert die Gefahr des Aufschlagens der Läufer dadurch, dass er an der verticalen Antriebswelle C (Fig. 10) ein Querhaupt F befestigt, von welchem Hängestangen E und E_1 herabgehen, in denen die Läufer A und A_1 aufgehängt sind. Die Lagerung der Läufer erfolgt in einem Kreuzkopfe D, wo die gekröpften Achsen B und B_1 unabhängig von einander sich bewegen. Mittelst der Muttern c kann die Entfernung der Läufer von der Bahn geregelt werden. Schaber H halten die Läufer rein, und Pflüge G und G_1 führen die Masse den Läufern zu. Die Läufer sind aus Hartguss hergestellt und polirt, wodurch die Laufläche sich stets glatt erhält. Die Gruson'schen Gänge haben ein Bett von 2,150 m Durchmesser, Läufer von 1500 mm Durchmesser und 470 mm Breite, bei einem Gewichte von 5500 kg. Sie machen neun Umdrehungen in der Minute und werden mit 50 bis 75 kg Satz beschickt. Die englischen Kollermühlen haben ein gusseisernes Bett von 2,100 m Durchmesser, Läufer von 2,050 m Durchmesser und 0,380 m Breite. Das Gewicht der Läufer ist 4000 kg und sie machen acht Umdrehungen in der Minute. Die höchste, gesetzlich gestattete Beschickung ist $22^7/_{10}$ kg für Gewehrpulver, und $27^3/_{10}$ kg für Geschützpulver. Die französischen Kollergänge haben 1,500 m Durchmesser und 0,500 m Breite bei einem Gewichte von 5000 kg mit einer Beschickung von 25 kg.

Der Pulversatz wird auf dem Bette gleichmässig ausgebreitet, mit Wasser befeuchtet und dies von Zeit zu Zeit erneuert, weil mit der fortlaufenden Behandlung der Satz trockener wird. Die Dauer der Bearbeitung wechselt je nach der Pulvergattung von zwei bis sechs Stunden.

Je länger das Pulver in den Kollermühlen behandelt wird, desto inniger erfolgt die Mischung. Dagegen nimmt die Dichte des Pulversatzes bis zu einem gewissen Punkte stetig ab. Er lässt sich dadurch leichter pressen, und man erhält ein festeres Korn, welches sich schneller entzündet und besser transportiren lässt. Aber auch die Geschwindigkeit, mit welcher die Umdrehungen erfolgen, ist nicht ganz gleichgültig, da nach englischen Beobachtungen wenige und rasche Umdrehungen vortheilhafter sind, als mehr aber langsam erfolgende, ja dass durch die Zahl der Umdrehungen die fehlende Geschwindigkeit gar nicht ersetzt werden kann.

In welchem Verhältnisse das specifische Gewicht des Pulversatzes während des Mengens abnimmt, zeigen folgende Spandauer Beobachtungen:

Es betrug das specifische Gewicht des Pulversatzes nach

1 Stunde	48	Minuten	Mengezeit	1,63
2 Stunden	20	„	„	1,42
5 „	24	„	„	1,36
7 „	12	„	„	1,36
9 „	36	„	„	1,30

Eine ähnliche Erscheinung zeigt das cubische Gewicht des Pulversatzes. Nach französischen Untersuchungen betrug dasselbe nach Verlauf von

1 Stunde	0,394	7 Stunden	0,338
2 Stunden	0,368	8 „	0,344
3 „	0,355	9 „	0,352
4 „	0,342	10 „	0,357
5 „	0,340	11 „	0,356
6 „	0,337	12 „	0,357

Dichten des Pulversatzes. Wo das Dichten nicht bereits in Stampfwerken oder in Trommeln selbst vorgenommen wird, was jetzt nur seltener geschieht, unterzieht man den Satz einer besonderen Dichtungsoperation. Vor allem wird der Satz zerkleinert, er wird mit hölzernen Hämmern in kleine Stücke zerschlagen und diese in eine Vorbrechmaschine beschickt. Diese besteht aus zwei Paar geriffelten Bronzewalzen auf verschiebbaren Lagern, welche durch Gegengewichte gegen einander gehalten werden, so dass, falls ein harter Körper zwischen die Walzen käme, dieselben nachgeben können. Ein Tuch ohne Ende speist das obere Walzenpaar mit dem vorgebrochenen Kuchen. Von hier fallen die gebrochenen Stücke auf das zweite Walzenpaar, und von da als feines Mehl durch einen Trichter in eine Kiste. Manchmal lässt man den Satz mehrere Male die Vorbrechmaschine passiren und siebt ihn durch ein feinmaschiges Sieb. Das eigentliche Dichten erfolgt sodann in Pressen. Früher hat man auch Schraubenpressen dazu verwendet. Später hatte man in Deutschland die aus Frankreich stammenden Walzenpressen (Laminoirs) benutzt, welche zum Theile noch im Gebrauche sind. Eine Walzenpresse ist in Fig. 11 abgebildet. Sie besteht aus einer gusseisernen Triebwalze *C*, welche durch Reibung eine grössere Walze aus Papier *B* mitnimmt, und diese wieder eine sogenannte Druckwalze *A* aus Hartguss. Das Tuch ohne Ende *D* läuft unter dem Fülltrichter *E* vorbei zwischen der Druckwalze und der Papierwalze hindurch. Ein an dem Boden befindliches Hebelwerk, dessen Gewichte in der Zeichnung ersichtlich sind, drückt auf die Welle der Druckwalze und dichtet dadurch den vom Trichter auf das endlose Tuch herabfallenden fortlaufenden Streifen von Pulversatz. Beim Austritte des Kuchens sind stellbare Messer *F* angebracht, welche ihn an den Seiten beschneiden. Gegenwärtig verwendet man zum grössten Theile hydraulische Kuchenpressen. Die Construction einer solchen ist die einer gewöhnlichen hydraulischen Presse. Vereinzelt findet man auch solche, bei welchen auf dem Presstische ein zerlegbarer Kasten aus Eichenholz aufliegt, in welchen der Pulversatz mit Zwischenlage von Kupferplatten eingefüllt und das Ganze gegen einen auf dem Holme befestigten schweren hölzernen Block gepresst wird. Ein am Blocke aufgezeichneter Maassstab gestattete, das Maass der Pressung zu beobachten. Da sich derlei Pressen

als gefährlich erwiesen, verwendet man jetzt hauptsächlich die in Fig. 12 (a. f. S.) abgebildete Presse. Sie ist eine gewöhnliche hydraulische Presse, auf deren Tisch ein vierrädriger Wagen auf einem Geleise zugeführt werden kann. Auf diesem Wagen werden der Pulversatz und die Pressplatten aufgeschichtet. Dies geschieht, indem man zuerst eine Platte auf den Wagen legt, darüber einen hölzernen Rahmen,

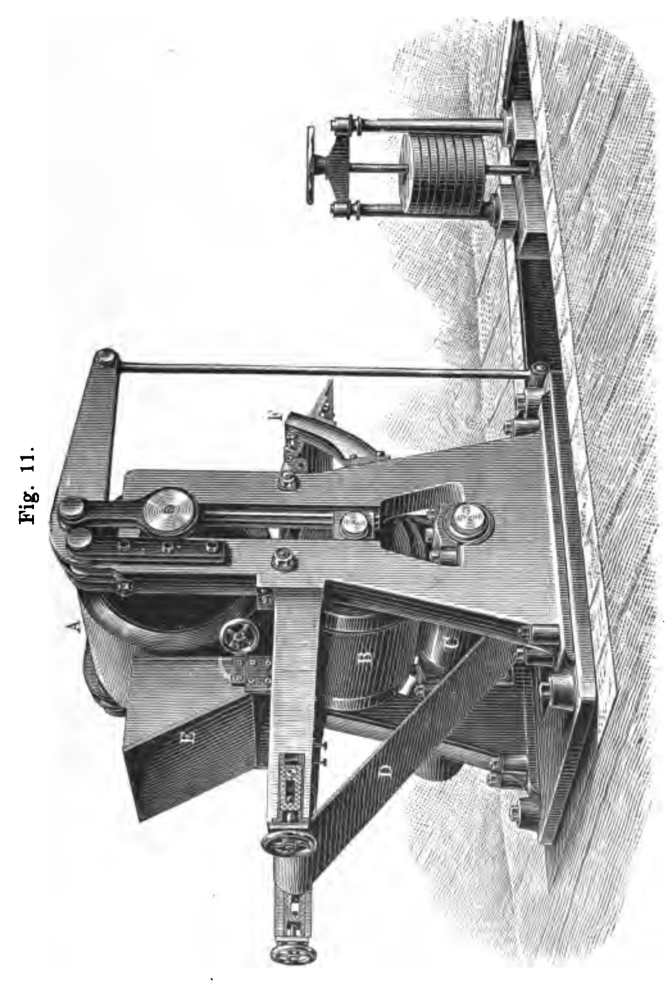


Fig. 11.

welcher die Platte in gewisser Höhe überragt. Der Pulversatz wird in den Rahmen eingeschüttet, mit einem Lineale abgestrichen, eine zweite Platte darauf gelegt und der Rahmen höher gehoben. Wenn auf diese Weise eine Säule von Pulversatz aufgefüllt ist, fährt der ganze Wagen auf die Presse und wird gegen den Holm gepresst. Als Platten verwendete man früher Kupferplatten, seitdem hat man viel-

fach Ebonit benutzt, wie dies überhaupt in der Pulverfabrikation zur Vermeidung von Metall ziemlich üblich ist. In den letzten Jahren hat man auf Vorschlag des Verfassers das seiner elektrischen Wirkung wegen nicht unbedenkliche Ebonit durch Platten aus „Vulcan fibre“ (einem besonders präparirten Cellulosemateriale) ersetzt und damit vorzügliche Resultate erzielt.

Das Pressen dauert 30 bis 40 Minuten. Man arbeitet langsam und wiederholt die Pressung mehrere Male, um grosse Dichtigkeit zu erhalten, ohne den Druck übermässig steigern zu müssen. Nichtsdestoweniger sind die äusseren Ränder des Kuchens weniger gepresst

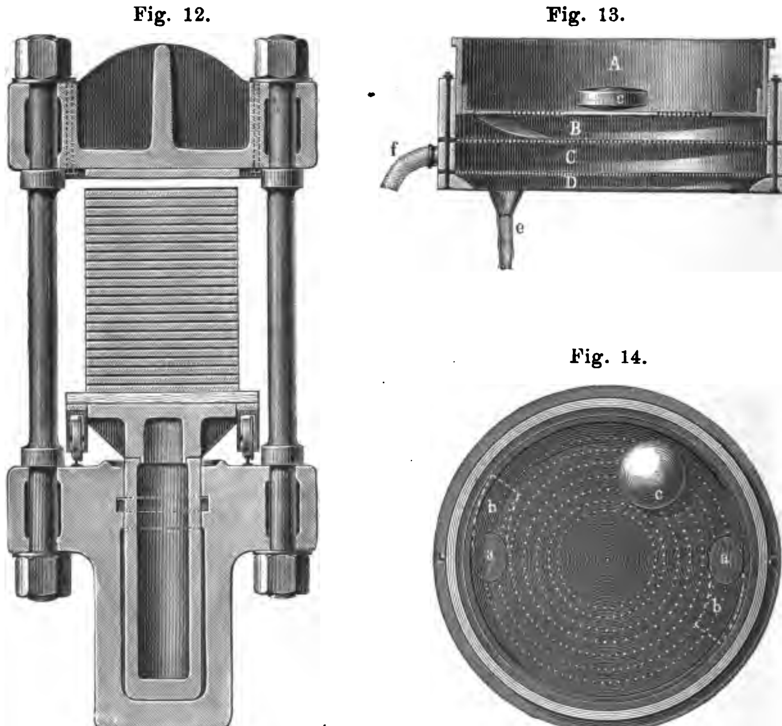


Fig. 12. Fig. 13. Fig. 14.

als die Mitte, da ja an dieser Stelle die Masse nachgeben kann, und es werden deshalb auch immer 2 bis 3 cm am Rande abgenommen. Der Druck beträgt zwischen 25 und 30 kg pro Quadratcentimeter Plattenoberfläche, je nach der Feinheit und Feuchtigkeit des Satzes und dem Zustande der Atmosphäre. Je gröber die Masse und je weniger Feuchtigkeit sie enthält, desto schwieriger ist sie zu pressen. Bei einem Drucke von 25 Atmosphären während $1^1/_2$ bis 2 Stunden auf eine 3 Proc. Feuchtigkeit enthaltende, auf Kollergängen zerkleinerte Masse erhält man eine mittlere Dichtigkeit des Kuchens von 1,700 bis 1,800.

Körnen. Dies geschieht nur noch sehr selten, hauptsächlich für zu besonderen Zwecken bestimmtes Pulver in Frankreich, in der alten Weise, indem man den Pulversatz mit hölzernen Hämmern zerschlägt, auf Siebe bringt und die Pulverstücke durch die Siebe drückt. Jetzt hat man noch in einigen, insbesondere deutschen Fabriken die Lefebure'sche Körnmaschine. Dieselbe besteht aus einem, auf in Scharnieren beweglichen Stangen aufgehängten hölzernen Rahmen, welcher mittelst einer ihn durchsetzenden gekröpften Welle eine excentrische Bewegung erhält. Auf diesem Rahmen befinden sich 12 Löcher, über welchen eben so viele Kornsiebe aus Eichenholz mit kupfernen Reifen aufgestellt sind. Ein solches Kornsieb ist in Fig. 13 im Querschnitte und in Fig. 14 in Draufsicht abgebildet. Es enthält drei Siebe, das Schrotsieb *A*, worin der zerschlagene Pulverkuchen in Körner zerbrochen wird, das mittlere oder Kornsieb *B* und das untere oder Staubsieb *C*, welches auf dem Boden *D* aufliegt. Der Boden des Schrotsiebes ist aus Messingblech mit 6,5 mm weiten Löchern und hat in der Nähe seiner Peripherie zwei grosse Oeffnungen *aa*, von welchen aus eine schräge der Bewegungsrichtung entgegengesetzte Messingschaufel *b* bis nahe an den Boden des Kornsiebes reicht. In dem Schrotsiebe läuft eine Kornscheibe *c* aus Weissbuchenholz, welche an der unteren Seite strahlenförmig ausgearbeitet und durch Bleiausfüllungen beschwert ist. Der zerschlagene Pulverkuchen läuft in diese Siebe durch kupferne Einschütttrichter, welche durch einen Tuchschlauch mit dem Siebe verbunden sind. Die Kornscheibe zerkleinert den Pulverkuchen, die zerkleinerten Stücke fallen durch das Sieb, die grösseren werden gegen die Schaufel geschleudert und durch die Centrifugalkraft wieder auf das Schrotsieb hinaufgeführt, wo sie neuerlich zerkleinert werden. Der aus dem Staubsiebe abfallende feine Staub fällt durch einen Schlauch *e* in einen Kasten, während das gute Pulver durch den Schlauch *f* abgeführt wird.

Aehnliche Maschinen, bei welchen jedoch mehrere Siebsysteme in länglichen Kasten sich befinden, die an einer gemeinsamen, durch Excenter betriebenen Lenkstange befestigt sind, finden sich gleichfalls häufig. Eine Lefebure'sche Körnmaschine leistet zwischen 70 und 80 kg Pulver pro Stunde.

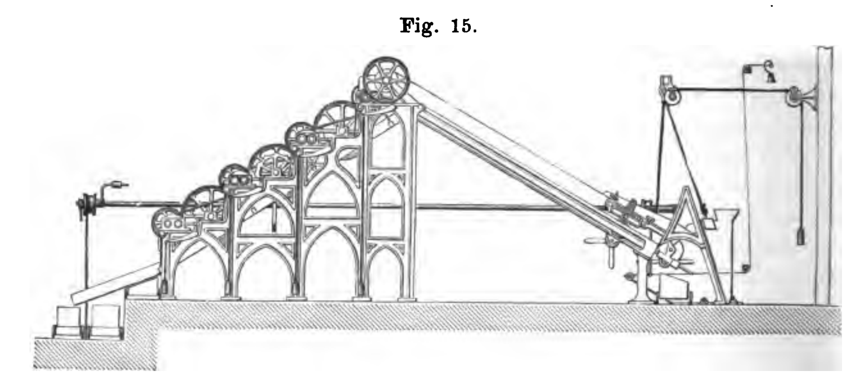
Zur Erzeugung von Geschützpulver hat man in Frankreich ein von Maurey angegebenes Körnfass, welches im Wesentlichen aus zwei über einander gelegten und über ein Fassgestelle gespannten Metallsieben von verschiedener Maschenweite besteht. In dieses Körnfass kommen 50 bis 60 kg Kugeln aus hartem Holze, welche das Material körnen und durch Siebe zugleich sortiren. Ein solches Fass leistet bis zu 300 kg pro Stunde.

Für runde Sprengpulver benutzt man in Frankreich ein von Champy angegebenes Körnfass, in welchem das Pulver durch Agglomerirung hergestellt wird. Im Wesentlichen besteht es aus einem

Fasse, in welches staubförmiger Pulversatz gebracht und durch eine Brause angefeuchtet wird. Durch Umdrehung des Fasses und dadurch, dass ein kleiner hölzerner Hammer an 15 Knaggen aufschlägt, welche an der äusseren Peripherie angebracht sind, ballt sich die Pulvermasse in Körnern zusammen, und indem man allmälig etwas mehr Pulversatz hineinbringt, erhält man Körner von brauchbarer Grösse.

In modernen Pulverfabriken geschieht das Körnen hauptsächlich durch von Oberst Congrève im Jahre 1819 angegebene Walzenkörnmaschinen, wie eine solche in Fig. 15 abgebildet ist. Sie besteht aus einem starken metallenen oder gusseisernen Gestelle mit drei oder vier Walzenpaaren aus Rothguss. Die zwei unteren Walzenpaare sind glatt, das nächst obere hat 6 mm von einander abstehende Zähne, und das höchste 12 mm von einander entfernte Zähne. Die Walzen arbeiten in Lagern mit Gegengewichten, ähnlich wie bei der Quetschmaschine, so dass sie zu harte oder zu grosse Körner durchgehen lassen können.

Fig. 15.



Die Zuführung des Satzes durch ein Band ohne Ende ist gleichfalls der Quetschmaschine ähnlich. Unter jedem Walzenpaare, ausgenommen unter dem letzten, befindet sich ein kurzes Sieb, welches die Verbindung mit dem nächsten Walzenpaare herstellt. Ausserdem befinden sich zwei lange Siebe unterhalb sämmtlicher Walzenpaare geneigt angebracht und etwa 75 mm von einander entfernt. Das obere Sieb hat zehn Maschen auf den englischen Quadratzoll, das untere 20 Maschen. Alle Siebe werden durch die Maschine in eine schüttelnde Bewegung versetzt. Die unteren Siebe führen zu kleinen Kasten auf Rädern, welche die Körner aufnehmen, und ebenso fällt der aus dem letzten Siebe kommende Staub in eine besondere Kiste. Die Walzenpaare erhalten 25 Umdrehungen pro Minute. Die Anzahl der Schläge auf das Sieb ist 130 bis 150 pro Minute. Die Leistung der Maschine beträgt zwischen 3000 und 4000 kg pro Tag von 24 Stunden, und sie ergiebt etwa 55 Proc. bei gewöhnlichem Geschützpulver. Aus dem Staube werden noch solche Körner heraussortirt, welche für Jagd-

pulver zu verwenden sind, und dadurch erhöht sich die Leistung bis zu 70 und 80 Proc.

Zur Herstellung von rundem, sogenanntem nassbrandigem oder Schweizer Pulver giebt man nach dem Körnen das Pulver in einen Sack, welcher auf eine Trommel aufgebunden wird. Diese Trommel steckt auf einer horizontalen Achse, die wieder in eine verticale Welle eingesteckt ist, und indem die verticale Welle in Drehung versetzt wird, wälzt sich die Trommel mit dem Sacke auf einem Tische sowohl um sich selbst als um den Tisch herum. Am Tische sind in Strahlenform eine Anzahl von abgerundeten Holzleisten befestigt, wodurch die wälzende Bewegung der Körner innerhalb des Sackes noch weiter befördert wird.

Stäuben, Trocknen und Poliren. Nach dem Körnen wird das fertige Pulver gewöhnlich sofort polirt. Nur in England wird es vorher von Staub befreit. Das Poliren hat den Zweck, das Pulver zum Theile zu glätten, hauptsächlich aber die scharfen und kantigen Ecken der Körner abzustumpfen und die äusseren Poren zu verstopfen, wodurch das Pulver weniger Feuchtigkeit anzieht und minder geneigt ist, Staub abzusetzen. Das Poliren geschieht gewöhnlich in Trommeln aus Eichenholz, die in Deutschland einen Durchmesser von 1,648 m und eine Tiefe von 0,536 m haben. Die Achse der Trommel geht nicht durch dieselbe hindurch, sondern ist an den Enden befestigt. An der Mantelfläche befindet sich eine Thür zum Füllen und Entleeren, und an einer Seitenwand eine Oeffnung, die dazu dient, die durch die Erwärmung während des Polirens entstehenden Feuchtigkeitsdämpfe abziehen zu lassen. Eine solche Trommel fasst 20 kg Pulver, macht anfänglich acht bis neun, und später 16 Umdrehungen in der Minute.

Das Poliren dauert je nach der Pulvergattung $^1/_2$ Stunde bis zu 4 Stunden, für Jagdpulver sogar bis zu 48 Stunden lang. Durch das Poliren wird hauptsächlich das cubische Gewicht des Pulvers erhöht, wie nachfolgende Tabelle zeigt:

Cubisches	Gewicht	vor dem Abrunden				0,810
„	„	nach	4	Stunden	Abrundezeit	0,833
„	„	„	8	„	„	0,846
„	„	„	20	„	„	0,869
„	„	„	25	„	„	0,878
„	„	„	30	„	„	0,889
„	„	„	42	„	„	0,893

Früher hat man das Pulver schon vor dem Poliren entweder an freier Luft, oder in sogenannten Vortrockenhäusern einer vorläufigen Trocknung unterworfen. Meist wird es aber jetzt nach dem Poliren getrocknet. Hier und da geschieht dies noch im Freien, darf aber dabei nicht unmittelbar den Sonnenstrahlen ausgesetzt werden. Man zieht jedoch allgemein künstliche Trocknung vor, weil das Pulver dadurch gleichmässiger wird und durch Staub nicht verunreinigt werden kann.

Fast überall geschieht jetzt das Trocknen durch erwärmte Luft; nur sehr selten direct über Dampfröhren oder Heisswasserröhren. Es sind meist Kasten aus Holz hergestellt, welche oben durch Rahmen mit Messingdrahtgewebe abgeschlossen sind. Ueber diese ist Leinwand gespannt, worauf das Pulver gelegt wird. Die Luft wird durch einen Ventilator über einen Heizkörper geblasen und geht durch die Leinwand hindurch. Pulver muss langsam und allmälig getrocknet werden, weil es sonst zu leicht Feuchtigkeit anzieht. Das Trocknen durch vorher getrocknete Luft, entweder, indem man dieselbe über eine Chlorcalciumschicht, oder durch Schwefelsäure hindurchleitet, ist nur sehr selten in Gebrauch.

Während des Trocknens bildet sich eine entsprechende Menge Staub, welche durch eine besondere Operation, das Stäuben, entfernt wird, die dann zugleich dem Pulver einen schönen Glanz verleiht. Früher besorgte man das Ausstäuben in Leinensäcken, welche auf Staubflügel aufgebunden wurden, die spiralförmig an eine sich drehende Welle gesteckt waren. Der Staub fiel durch die Säcke hindurch, während durch die Reibung der Körner an den Wänden des Sackes dieselben den Glanz erhielten. Gegenwärtig wird das Ausstäuben auf Sichtcylindern durchgeführt, wie sie aus der Mühlenindustrie wohl bekannt sind.

Der aus dem Pulver gefallene Staub besteht hauptsächlich aus Kohle. Eine Analyse solchen Staubes ergab 74 Thle. Kohle, 14,5 Thle. Schwefel und 11 Thle. Salpeter.

Um den Glanz des Pulvers zu erhöhen und um zugleich die Oberfläche des Pulvers dichter zu machen, giebt man gewöhnlich beim Ausstäuben etwas Graphit hinzu.

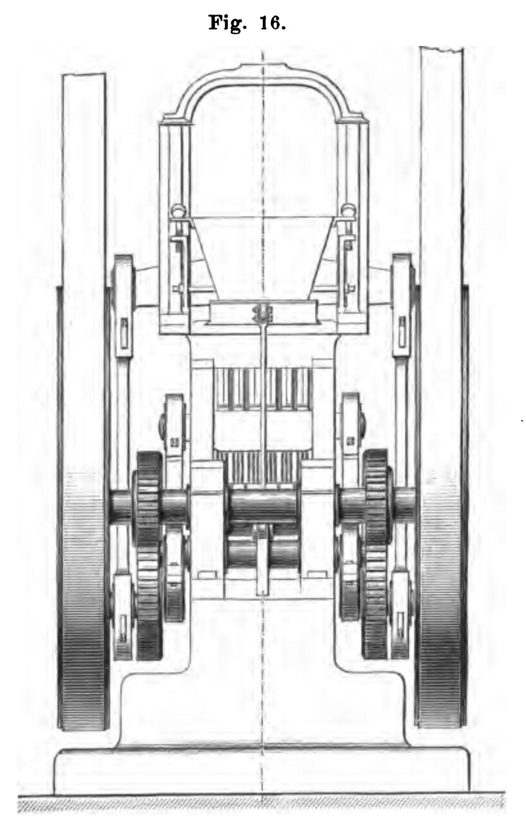
Ausstäubecylinder werden auch zum Mischen von Pulvern aus verschiedenen Operationen benutzt, wobei sehr häufig die einzelnen Mengen durch einen Trichter in den Cylinder zusammenlaufen gelassen werden.

Nachdem diese Operationen beendigt sind, wird das Pulver nochmals sortirt, weil die Gestalt und Grösse der Körner sich theilweise verändert hat. Dies geschieht auch durch Sichtecylinder, welche ihrer Länge nach mit Drahtgewebe von verschiedener Maschenweite bespannt sind. Manchmal hat man auch eine Sortirvorrichtung, ähnlich einer Körnmaschine ohne die Körnscheibe, aus zwei Sieben bestehend. Auf dem oberen Siebe verbleiben dann alle Körner, welche grösser als Geschützpulver sind, Geschützpulver selbst bleibt auf dem zweiten Siebe liegen, und Gewehrpulver fällt unten durch.

Gepresstes Pulver. Der Vereinigte Staaten-General Rodman hat im Jahre 1860 Scheiben aus gepresstem Pulver, welche von einer Anzahl von Löchern durchbohrt waren, zum Laden von Geschützen verwendet, um dadurch den Anfangsdruck auf das Geschütz zu ver-

mindern. Von dieser Erfindung wurde im amerikanischen Bürgerkriege zuerst Gebrauch gemacht, und dieselbe dann durch General Doremus in Russland in grossem Maassstabe eingeführt. Rodman und Doremus pressten entweder die ganze Patrone in einem Stücke, oder sie machten die Scheiben mit einem dem Geschützrohre gleichen Durchmesser. Diese Art von Pulver ist jetzt schon für Kriegszwecke aufgegeben, wird jedoch noch für Bergwerkszwecke in ausgedehntem Maasse verwendet, wobei oft an der Seite der Patrone eine Rille zur Aufnahme der Zündschnur eingepresst wird. Häufiger macht man die Pulverpatrone cylindrisch, und versieht sie in der Mitte mit einem conischen Loche.

Fig. 16.

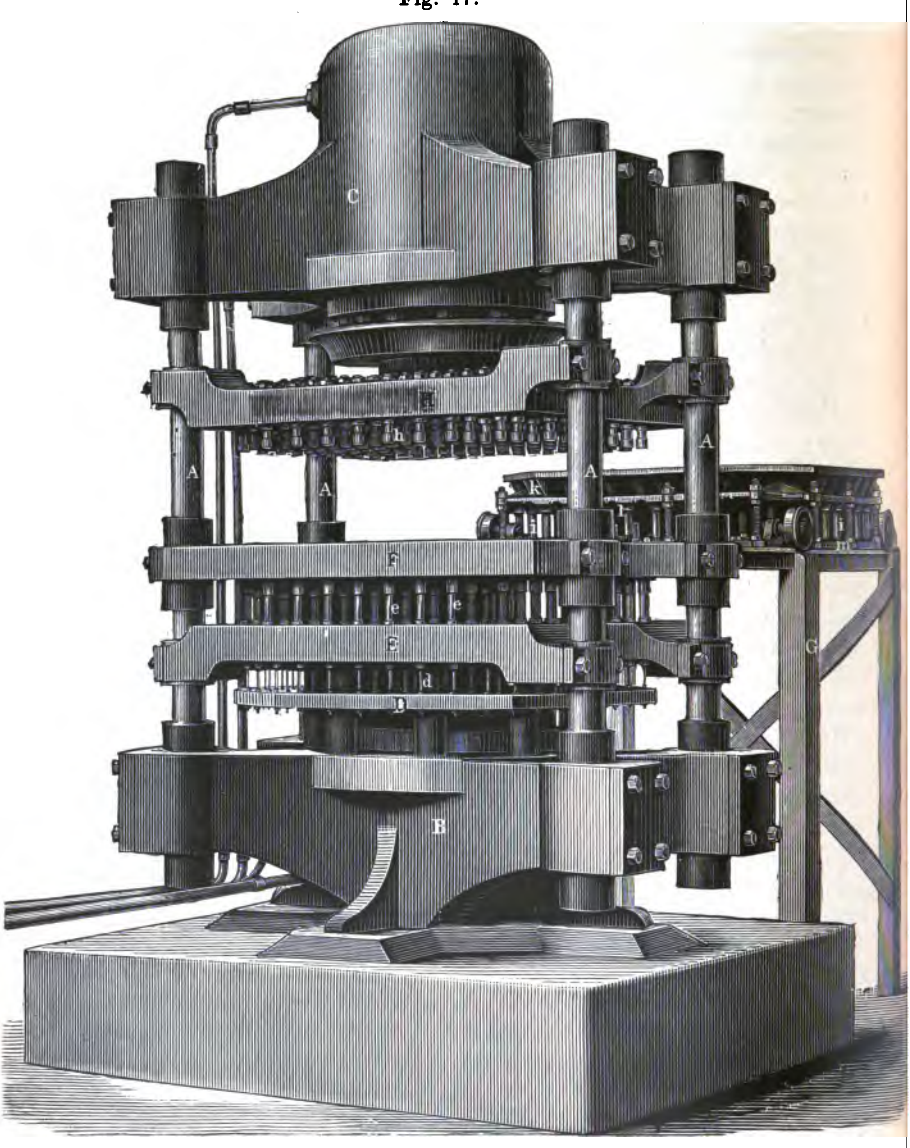


Gleichzeitig mit dem Rodman'schen Mammuthpulver benutzte Armstrong in England Pulver von der Grösse von Haselnüssen, genannt R. L. G. P. (Rifle Large Grain Powder). Dies wird auch noch heute in der britischen Armee benutzt, und seine Grösse ist so bemessen, dass die Körner auf einem Siebe von sechs Maschen per Quadratzoll liegen bleiben, während sie durch ein Sieb von drei Maschen per Quadratzoll durchfallen. Später hat man Kieselpulver verwendet (Pebble-Powder), indem man den Kuchen in Stücke zerschlug und durch Siebe sortirte. Man hat es auch seitdem in der Weise hergestellt, dass man durch eine Schneidemaschine den Kuchen in gleichmässige Würfel zerschnitt und sodann in einem rotirenden Siebe abrundete.

Im Jahre 1879 hat Prof. Wischnegradsky eine Presse zur Herstellung von prismatischem Pulver erdacht, wie sie ähnlich noch heute benutzt wird. Sie ist in Fig. 16 abgebildet und hat drei Querhäupter, das obere, mittlere und untere Theil. Obertheil und Untertheil sind durch Führungsstangen mit einander verbunden und bewegen eine

obere und untere Traverse durch Excenter und Zahnräder in solcher Weise, dass die beiden Traversen einander bis zu einer gewissen Grenze genähert werden und sodann sich von unten nach oben bewegen.

Fig. 17.



Auf den Traversen befinden sich je sechs Stempel, welche der Länge nach von sieben Canälen durchbohrt sind. In dem Mitteltheile befinden sich die Stahlformen, in denen das Pulver verdichtet wird.

Auf der unteren Traverse sind sieben Stahlnadeln befestigt, welche nach oben schwach conisch zulaufen und eine Stärke von 5 mm besitzen. Diese Stahlnadeln reichen durch die Canäle der Unterstempel hindurch bis an die Oberfläche des Mitteltheiles. Das Pulver wird durch einen messingenen Kasten eingefüllt, welcher auf dem Mitteltheile hin und her gleitet und sieben Maasse zum Abmessen des Pulvers trägt. Der Füllkasten bewegt sich mit der Maschine, und sobald er über die Form gebracht ist, fällt das Pulver aus den Maassen in die ihnen gegenüberstehenden Formen. Der Füllkasten entfernt sich sodann, die beiden Stempel werden einander genähert und die Excenter sind so eingestellt, dass, wenn die Oberstempel ihre tiefste Stellung erreicht haben, die Unterstempel sich weiter nach aufwärts bewegen. Die obere Traverse wird dann durch ein grösseres Excenter rascher in die Höhe gehoben, die Unterstempel drücken über die Stahlnadeln hinweg das gepresste Prisma heraus, und der nachfolgende Füllkasten schiebt die fertigen Prismen über eine schräge Fläche hinunter dem Arbeiter zu.

Gegenwärtig wird prismatisches Pulver meist durch hydraulische Pressen hergestellt, die im Wesentlichen in der gleichen Weise wirken wie die mechanische Presse, nämlich dadurch, dass die in einer Pressform befindlichen Pulverkörner durch Unterstempel und Oberstempel zusammengedrückt werden und durch gleichzeitig eingeführte Nadeln die erforderlichen Canäle erhalten. Fig. 17 zeigt eine solche englische Presse, deren Anordnung aus der Zeichnung deutlich genug ersichtlich ist. Friedrich Krupp, Grusonwerk Buckau, macht eine prismatische Presse, bei welcher hydraulischer Druck mit mechanischer Arbeit so vereinigt ist, dass die Presse sich selbst ladet und entleert und zugleich ein gewisser Druck nie überschritten wird. Die Form des prismatischen Pulvers ist die in Fig. 18 abgebildete. Die Prismen haben in Deutschland eine Höhe von 24,66 mm, einen Durchmesser von Ecke zu Ecke von 40 mm, wiegen etwa 40 g und haben eine Dichte von 1,660.

Fig. 18.

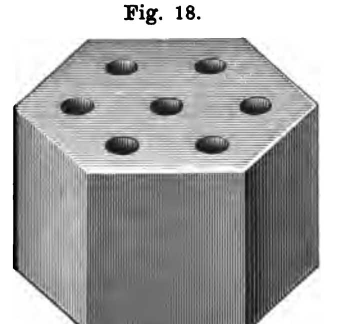


Fig. 19.

Ausser dem prismatischen Pulver hat man eine Anzahl verschiedener gepresster Pulver von Zeit zu Zeit versucht und hierzu auch verschiedene Apparate verwendet, so das Cylinderpulver (Pelletpowder), welches aus kleinen Cylinderabschnitten mit einer Aushöhlung an der Grundfläche in der Gestalt eines abgestumpften Kegels besteht, das Dupont-Pulver, Fig. 19, aus zwei Pyramidenabschnitten bestehend, die mit einer cylindrischen Pulverschicht verbunden sind, das Fossano-

pulver, ein Würfelpulver mit abgeschrägten Kanten, und so viele andere.

Verpacken des Pulvers. Das Verpacken des Pulvers erfolgt entweder in Tonnen oder kupfernen Pulverkästen, häufig auch in Kisten. Die Tonnen werden mit Papier verklebt; das Pulver kommt in Zwillichsäcke und dann in die Pulvertonnen. Prismatisches Pulver kommt in Kästen, in welchen die Prismen fest an einander eingelegt und durch Filzplatten von einander getrennt werden.

Alle Jahre einmal, manchmal nur alle zwei Jahre, werden die Pulvervorräthe einer sorgfältigen Besichtigung und Prüfung unterworfen.

Dem Schwarzpulver verwandte Explosivstoffe.

Um, insbesondere für Sprengzwecke, billigere Pulver herzustellen, hat man, hauptsächlich im Laufe des 19. Jahrhundertes, verschiedene Pulver erdacht, in welchen einzelne Bestandtheile des Pulvers durch andere, ähnliche, ersetzt wurden.

Von derlei Pulvergattungen werden gegenwärtig noch die folgenden erzeugt:

A. Pulver mit Surrogaten für Kalisalpeter.

a) Diorrexin von Wenzel Pancera. Nach einer Analyse enthält dasselbe:

Kalisalpeter	42,78	Thle.
Natronsalpeter	23,16	„
Schwefel	13,40	„
Holzkohle	7,49	„
Buchensägespäne	10,97	„
Pikrinsäure	1,65	„
Feuchtigkeit	0,55	„
	100,00	Thle.

b) Azotin von A. Bercsey besteht aus Natronsalpeter, Schwefel, Kohle und Petroleumrückständen.

c) Amidpulver der Rottweil-Hamburger Fabrik, welches nach Noble aus 40 Thln. Kalisalpeter, 38 Thln. Ammoniaksalpeter und 22 Thln. Holzkohle besteht. Es verbrennt mit geringem Rauche und wurde eine Zeit lang als Geschützpulver verwendet.

d) Pulver mit Barytsalpeter haben sich der höheren Preise dieses Materiales wegen nicht eingebürgert.

e) Pulver mit chlorsaurem Kali statt Salpeter wurden vielfach empfohlen. Solche sind:



f) Himlypulver von C. Himly und von Trützschler-Falkenstein. Dasselbe enthält:

Chlorsaures Kali	45 Thle.
Salpeter	35 „
Steinkohlenpech	20 „
	100 Thle.

Das Steinkohlenpech wird in Benzin gelöst, die Salze beigemischt und das Benzin nach dem Mischen abgedampft.

g) Poudre des mineurs (Bergwerkspulver) von Michalowsky. Seine Zusammensetzung ist:

Chlorsaures Kali	50 Thle.
Mangan	5 „
Kleie	45 „
	100 Thle.

h) Kometpulver (Amerika):

Kaliumchlorat	75 Thle.
Fichtenharz	25 „
	100 Thle.

Die Mischung von Chloratpulver erfolgte meistens in Trommeln mit Holzkugeln oder auch in Mischmaschinen, in denen Bürsten rotirten.

Manchmal wurde das chlorsaure Kali und, falls Salpeter im Pulver enthalten war, auch dieser vorher in Wasser gelöst und die Kohlenstoffsubstanzen damit getränkt, wonach die Masse getrocknet wurde. Kellow und Short haben schon im Jahre 1863 ein solches Verfahren angegeben.

In neuerer Zeit werden wieder Pulver aus chlorsaurem Kali patentirt, in welchen Oel oder Petroleumrückstände mit Salpeter und chlorsaurem Kali vermischt werden.

B. Pulver ohne Schwefel.

Gegenwärtig wird nur eines, das Haloxylin von Anders und Fehleisen, in Oesterreich erzeugt. Dasselbe enthält:

75	Thle.	Salpeter,
15	„	Sägemehl,
$8^1/_3$	„	Holzkohle,
$1^2/_3$	„	rothes Blutlaugensalz
100	Thle.	

Ein von Gebr. Fehleisen unter gleichem Namen in den Handel gebrachtes Pulver hat dieselbe Zusammensetzung, wie das von Anders und Fehleisen, jedoch ist der Kalisalpeter in demselben durch Natronsalpeter ersetzt.

C. Pulver mit Ersatzmittel für Holzkohle.

Als solche wurden vorgeschlagen:

Steinkohle, Coke, Humussäure, Gerbsäure, Katechu, Zucker, Sägespäne, Lohe, Kleie, Leim, Dextrin, Stärkekleister, Gummi, gelbes und rothes Blutlaugensalz, Weinstein, Seignettesalz, essigsaures Natron u. s. w.

Gegenwärtig werden von solchen Pulvermischungen erzeugt:

a) Petralit von A. Prohaska. Es besteht aus Salpeter, Schwefel, Holzkohle und Cokepulver.

Das Pulver wird in der üblichen Weise erzeugt und mit Graphit polirt.

b) Janit von A. Jahn. Dieses besteht aus:

Salpeter	70	Thle.
Schwefel	12	„
Lignitkohle	18	„
Pikrinsäure	0,4	„
chlorsaures Kali	0,4	„
calcinirte Soda	0,3	„
	101,1	Thle.

Das Janit ist chocoladefarben, sorgfältig erzeugt, und kommt in ziemlich groben Körnern in den Handel.

Es hat sich für Bergwerkszwecke recht gut bewährt.

c) Carboazotine von Raymond Cahuc. Dieses Pulver wurde in England unter dem Namen „Safety Blasting Powder“ (Sicherheitssprengpulver) in den Handel gebracht, doch ist dessen Erzeugung dort aufgegeben worden. Es besteht aus:

Salpeter	64	Thle.
Schwefel	12	„
Russ	7	„
Gerberlohe oder Holzmehl	17	„
Eisenvitriol	1 bis 5	„
	101 bis 105	Thle.

Ein ähnliches Pulver wurde unter dem Namen Amidogène von Johann Gemperle in den Verkehr gebracht. Es enthielt:

Salpeter	73	Thle.
Schwefel	10	„
Holzkohle	8	„
Kleie oder Stärke	8	„
Schwefelsaure Magnesia	1	„
	100	Thle.

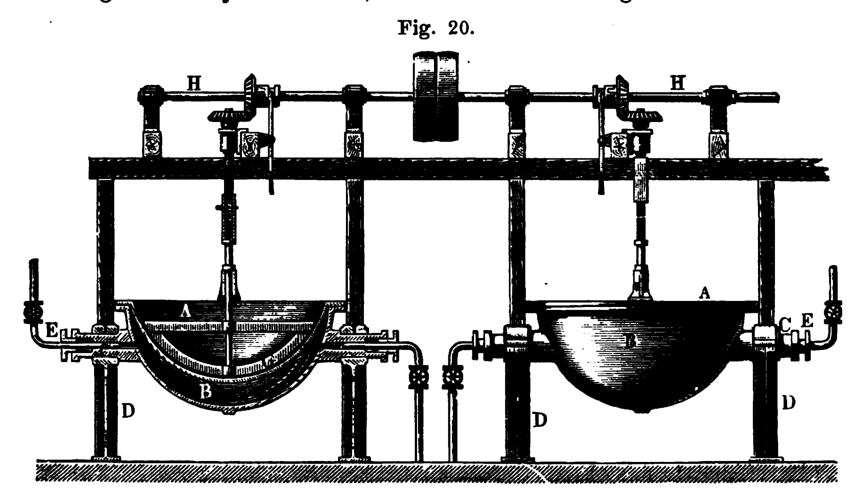
Diese Pulver wurden nach einer schon den Tataren bekannten Methode erzeugt. Die einzelnen Bestandtheile wurden vorher in einer Mischtrommel, in welcher eine Flügelwelle in entgegengesetzter Richtung zur Trommel rotirte, 15 Minuten lang gründlich durchgemischt

und der Pulversatz sodann in den in Fig. 20 abgebildeten Kochapparat gebracht, in welchem er mit einer grösseren Menge von Wasser versetzt wurde.

Der Kochapparat ist ein mit Dampfmantel *B* versehener offener Kessel *A*, in welchem eine Welle mit Schaufelarmen *G* rotirt und der nach beendigtem Kochen umgekippt werden kann.

Pulver, welche durch den Kochprocess erzeugt werden, besitzen niemals eine tadellose Mischung, weil der Salpeter beim Auskrystallisiren grössere Krystalle bildet, die sich von den übrigen Bestandtheilen

Fig. 20.



abtrennen und weil selbst bei fortgesetztem Rühren der Schwefel als specifisch schwererer Körper doch die Tendenz hat, zu Boden zu sinken und bei der Abkühlung dann kleine Klumpen für sich zu bilden.

Allgemeine Einrichtung von Pulverfabriken.

In Oesterreich, England, Italien, Frankreich und Belgien bestehen Vorschriften für die Errichtung und Einrichtung von Pulverfabriken und Explosivstofffabriken im Allgemeinen. In anderen Ländern werden sie meist bei der Betriebsertheilung für den speciellen Fall erlassen.

Die einzelnen Operationen werden so viel als möglich in getrennten Häusern ausgeführt, und diese Häuser sind in möglichst grossen Entfernungen von einander gehalten und durch Erdwälle oder massive Steinwälle getrennt.

In den meisten Ländern sind die Gebäude aus leichtem Bretter- oder Fachwerke aufgeführt, in Deutschland dagegen zieht man es vor, sie aus starken Ziegelmauern herzustellen und nur das Dach lose auf-

liegen zu lassen. In Frankreich macht man nur drei Seiten des Gebäudes aus starken Ziegelmauern, die vierte Seite aber aus leichten Glaswänden.

Kollermühlen sind meist paarweise in einem Gebäude untergebracht, und die Antriebsvorrichtung befindet sich in der Mitte. Zumeist hat man auch jetzt Vorrichtungen, um im Falle einer Explosion, welcher Kollermühlen besonders leicht ausgesetzt sind, die Beschickungen sofort unter Wasser zu setzen. Dies geschieht durch ein über dem Kollergange in Gleichgewichtslage aufgehängtes, flaches Wassergefäss, welches durch die leiseste Erschütterung zum Umkippen gebracht wird. Die verschiedenen Apparate in den gewöhnlich einander benachbarten Mühlen sind durch eine gemeinsame Welle verbunden, so dass alle gleichzeitig vom Wasser überschüttet werden.

Der Antrieb der einzelnen Maschinen geschieht entweder durch Wasserräder oder durch Drahtseilanlagen von einer oder mehreren Centralstellen aus.

In den meisten Ländern wird jetzt darauf gesehen, dass der Eintritt in Pulvergebäude nur in besonderer Kleidung und nach erfolgtem Wechsel der Schuhe erfolgt. Die Kleidungsstücke sind gewöhnlich ohne Taschen und aus unverbrennbaren Materialien oder Leder hergestellt, die Schuhe haben keine Nägel.

Das Grundstück der Fabrik ist häufig mit Bäumen dicht bepflanzt, um die Uebertragung einer Explosion auf benachbarte Gebäude möglichst zu verhindern. In den meisten Ländern ist es Vorschrift, dass jedes Gebäude mit einem Blitzableiter versehen sei.

Die Eigenschaften des Schwarzpulvers.

a) Die äussere Beschaffenheit. Gutes Schwarzpulver soll vollkommen gleichmässige Schieferfarbe besitzen. Geht die Farbe ins Bläuliche oder ganz Schwarze, so enthält es zu viel Kohle oder es ist zu feucht.

Mit freiem Auge oder unter der Lupe betrachtet, darf das Pulver keine Verschiedenheit der Farbe zeigen, selbst wenn es zerrieben wird. Durch das Gefühl dürfen sich scharfe Theile nicht wahrnehmen lassen. Die Verschiedenheit der Farbe deutet auf ungleiche Mischung, die scharfen Theile auf unzulängliche Zerkleinerung der Bestandtheile. Einzelne schimmernde Punkte oder bläulichweisse Fleckchen zeigen an, dass der Salpeter während des Trocknens aus dem Pulver ausgewittert ist, wodurch die gleichmässige Mischung ebenfalls gestört wäre. Mit Rothkohle hergestellte Pulver haben eine bräunlichschwarze Farbe. Das Pulver darf nicht abfärben, wenn man es über die Hand oder ein Blatt Papier laufen lässt. Es würde dies sonst anzeigen, dass das Pulver zu viel Feuchtigkeit oder eine Beimischung von Mehlpulver

besitzt. Letzteres lässt sich ermitteln, wenn man das Pulver auf einem Staubsiebe absiebt.

Prismatisches Pulver soll ein glattes Aussehen haben, alle Kanten scharf ausgeprägt und vollständig sein. Die Prismen dürfen nicht bröckelig sein und nur mässig abfärben.

b) Die Kornfestigkeit. Das Pulver darf beim Drücken mit der Hand nicht knirschen und sich mit den Fingern auf der Hand nicht zu leicht zerreiben lassen. Dabei darf es nicht sofort in Staub zerfallen, sondern muss sich vorerst in eckige Splitter zertheilen.

In Deutschland bringt man 0,5 kg Pulver in einen ledernen Beutel, welchen man in der Abrundetrommel eine Viertelstunde herumgehen lässt, wobei der Gewichtsverlust nur 1,55 Proc. sein darf. In Frankreich stäubt man das Durchschnittsmuster ab, giebt 8 kg in ein Fass von 12 kg Fassungsraum, welches wieder in ein zweites Ueberfass gegeben wird. Dieses Fass lässt man dann auf einer schiefen Ebene von 15° Neigung und 5 m Länge, welche von Meter zu Meter 3 cm hohe Querleisten hat, herabrollen. Eine zweite schiefe Ebene in entgegengesetztem Sinne befindet sich neben dieser. Das Fass wird auf diesen beiden Ebenen herabgerollt, bis es im Ganzen einen Weg von 1000 m zurückgelegt hat, und das abgesiebte Pulver darf sodann nicht mehr als 0,20 Proc. Gewichtsverlust zeigen.

Die Korngrösse wird gewöhnlich auf Sortirapparaten geprüft. Prismatisches Pulver wird durch Normalleeren gemessen und die Canäle mit Leerstempeln untersucht.

c) Feuchtigkeitsanziehung. Alle Schwarzpulverarten ziehen mehr oder weniger Feuchtigkeit aus der Luft an.

Dies ist einerseits dem Salpeter, andererseits der Kohle zuzuschreiben, dem Salpeter jedoch nur, wenn er Verunreinigungen enthält. Nach Professor A. Werner Cronquist ist hauptsächlich der Gehalt an Chlor und Calcium hierbei maassgebend. Das Chlornatrium im Salpeter wird von Kalksalzen angegriffen, wodurch Chlorcalcium entsteht, welches bekanntlich sehr hygroskopisch ist. Das an der Oberfläche befindliche Chlorcalcium wird durch die Einwirkung von Luftfeuchtigkeit flüssig und löst etwas Salpeter, und die Capillarität des Pulvers vertheilt die Flüssigkeit durch das ganze Pulver. Hierdurch ist ein Theil des Salpeters aus dem Molecularzusammenhange gebracht und nicht mehr so gleichmässig im Korne vertheilt wie früher. Wesentlich aber beeinflusst die Kohle diese Anziehung, und ein Pulver ist gewöhnlich um so hygroskopischer, je mehr Kohle es enthält.

Feucht gewordene Pulver können durch Exponiren an der Sonne oder in einem trockenen, gut gelüfteten Raume wieder hergestellt werden; grobkörniges Pulver ist durch Trocknen schwieriger herzustellen als feinkörniges.

Feucht gewordenes Pulver ist daran erkenntlich, dass es eine ungleichmässige Farbe besitzt, sich schwieriger entzündet und grösseren Rückstand giebt, auch dass sich die einzelnen Körner leichter mit der Hand zerdrücken lassen. Bei sehr starkem Gehalte an Feuchtigkeit verbindet sich das Pulver zu schwarzen, harten Klumpen, welche es in der Regel unbrauchbar machen. Man nennt es dann verkuckt.

Zur Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes werden in Deutschland 50 g in einer Porcellanschale im Luftbade eine Stunde lang zwischen 85 und 90° getrocknet und sodann unter dem Exsiccator abkühlen gelassen. Der Feuchtigkeitsgehalt darf nicht mehr als 1 Proc. betragen. Aehnlich geht man in allen anderen Ländern vor.

Chemische Untersuchung des Schwarzpulvers.

a) Qualitative Untersuchung. Man übergiesst eine kleine Menge Pulver auf einem Filter mit heissem Wasser, dampft das Filtrat etwas ein und prüft nach dem auf S. 13 angegebenen Verfahren auf Salpeter.

Uebergiesst man eine kleine Menge Pulver in einem Becherglase mit Schwefelkohlenstoff, lässt es einige Zeit stehen und verdampft die abgegossene Lösung in einer Porcellanschale, so werden, wenn das Pulver Schwefel enthält, sich Schwefelkrystalle zeigen.

Die Kohle lässt sich nur mikroskopisch untersuchen, und, um sie zu isoliren, digerirt man Pulver einige Stunden lang mit Schwefelkohlenstoff, filtrirt, wäscht den Rückstand mit heissem Wasser aus und trocknet.

b) Zur quantitativen Analyse wird das Pulver stets auf den Trockengehalt berechnet. Es ist vorzuziehen, das Pulver in einer Glasröhre durch einen Strom auf 60° erhitzter trockener Luft zu trocknen; bei höheren Temperaturen verflüchtigt der Schwefel theilweise. Den Salpeter bestimmt man gewöhnlich, indem man 5 g Pulver auf ein mit Wasser angefeuchtetes Filter bringt und durch wiederholtes Aufgiessen kleinerer Mengen kochenden Wassers vollständig auslaugt. Die zuerst ablaufende Salpeterlösung fängt man in einer gewogenen Platinschale auf und das Waschwasser in einem Becherglase. Man dampft sodann die Salpeterlösung vorsichtig ein, indem man nach und nach das Waschwasser zufügt und erhitzt hernach den Salpeter auf 280° C. Nach dem Abdampfen wird der Salpeter stets eine bräunliche Färbung zeigen, von feinen Kohlentheilchen herrührend. Will man den Salpeter nicht direct bestimmen, so kann man den Stickstoffgehalt volumetrisch durch Lunge's Nitrometer ermitteln.

Den Schwefel kann man entweder als solchen bestimmen, oder man führt ihn in Schwefelsäure über. In der Schweiz laugt man zu-



erst den Salpeter durch Wasser aus, giesst sodann wiederholt Schwefelammonium auf, zum Schlusse verdünnte Schwefelammoniumlösung und endlich heisses Wasser, wodurch aller Schwefel entfernt wird. Der Rückstand nach dem Trocknen giebt das Gewicht der Kohle und der Verlust dasjenige des Schwefels. Um den Schwefel in Schwefelsäure überzuführen, wird die Methode von Gay-Lussac angewendet.

Nach derselben mengt man 5 g des fein zerriebenen Pulvers mit der gleichen Menge reinen kohlensauren Kaliums oder Natriums, welches man vorher zur Entfernung der Feuchtigkeit leicht geglüht hat. Hierauf setzt man 5 g Salpeter und 20 g Kochsalz hinzu, welche beide frei von schwefelsauren Salzen und vorher getrocknet sein müssen.

Nach der deutschen Vorschrift wird kohlensaures Natron verwendet und 1 Thl. Kalisalpeter und 6 Thle. Kochsalz auf je 1 Thl. Pulver hinzugefügt. Nachdem Alles in einem Mörser innig gemischt worden, wird das Gemenge in einem Platintiegel anhaltend erhitzt, bis es weiss geworden ist; nach dem Erkalten löst man die Schmelze in Wasser, säuert mit einigen Tropfen Salzsäure an und fällt die entstandene Schwefelsäure durch Chlorbaryum nieder. Den niedergeschlagenen schwefelsauren Baryt sammelt man auf einem gewogenen Filter, wäscht ihn sorgfältig, trocknet und wägt. Hieraus berechnet sich dann der Schwefelgehalt.

Man kann auch die angesäuerte Flüssigkeit mit einer Chlorbaryumlösung von bekannter Stärke versetzen, bis kein Niederschlag mehr erfolgt, und aus der verbrauchten Menge Chlorbaryums den Schwefel berechnen. 152,63 Thle. krystallisirten Chlorbaryums entsprechen 20 Thln. Schwefel.

Diese Methode ist eine der besten, wenn man die Substanzen innig mischt und den Tiegel nicht allzu schnell glüht, so dass man stets nahezu den gesammten Schwefelgehalt des Pulvers finden wird.

Die Bestimmung der Kohle lässt sich nur schwer genau ausführen, weil sie stets etwas Schwefel zurückhält.

In Deutschland besteht die Vorschrift, dass man das von der Bestimmung des Salpeters erhaltene Filter mit dem Rückstande an Schwefel und Kohle wieder in den Trichter giebt und diesen in einen mit warmem Wasser von 30 bis 40° geheizten Metalltrichter stellt. Man giesst nun auf dieses Filter reinen Schwefelkohlenstoff, dem man etwa den vierten Theil Alkohol zugesetzt hat, wäscht schliesslich mit reinem Alkohol aus, trocknet das Filter bei 90° und wägt es.

Das Gewicht abzüglich des Gewichtes des Filters ergiebt den Gehalt an Kohle, die Differenz den an Schwefel.

Häufig, wo es auf grössere Genauigkeit nicht ankommt, kann man sämmtliche Bestandtheile des Pulvers auf einmal bestimmen, doch ist dies weder bequem noch empfehlenswerth.

Die mechanischen Eigenschaften des Schwarzpulvers.

a) Entzündlichkeit. Es ist eine sehr werthvolle Eigenschaft des Schiesspulvers, dass seine Entzündungstemperatur so hoch liegt, dass dasselbe bei gefahrloser Handhabung eine grosse Sicherheit des Erfolges gewährt und eine sehr bedeutende Kraft, aber noch hinreichend langsam, abgiebt. Das Schiesspulver kann leicht entzündet werden durch Feuer, glühende Körper, Elektricität, unter Wasser z. B. durch Kalium, durch Natrium, durch sich löschenden Kalk, durch Knallquecksilber, durch Tränken mit einer Lösung von Phosphor in Schwefelkohlenstoff nach einiger Zeit, sowie durch Reibung, starken Stoss und Schlag, wie Versuche in Freiberg mit einem aus 63,3 Salpeter, 20 Schwefel und 16,7 Kohle bestehenden Pulver ergeben haben. Staubpulver entzündet sich durch Stoss und Schlag leichter als körniges. Am leichtesten erfolgt eine Explosion durch einen Schlag von Eisen auf Eisen, sodann von Messing gegen Eisen, Kupfer, Messing und Marmor, selbst von Blei auf Blei und Holz, weniger leicht von Kupfer auf Kupfer, von Kupfer auf Bronze und Holz und von Bronze auf Holz.

Das Eintreten einer Explosion durch einen Schlag hängt wesentlich davon ab, in welcher Weise dieser Schlag geführt wird. Das blosse Auffallenlassen eines Gewichtes ist nicht immer genügend, und Explosionen können durch ein viel geringeres Gewicht erzielt werden, wenn dasselbe in solcher Weise auf den Explosivstoff auftrifft, dass damit zugleich eine Reibung verbunden ist. In dieser Beziehung charakteristisch sind die Versuche von Dr. A. Dupré, welcher gezeigt hat, dass es kaum einen Explosivstoff giebt, welcher, in dünner Schicht auf einem hölzernen Fussboden mit einem hölzernen Besenstiele durch einen gleitenden Schlag (*glancing blow*) getroffen, nicht explodirte. Der gleitende Schlag ist ein solcher, welcher in einem Winkel auftrifft und im Winkel die getroffene Stelle verlässt. Hierdurch concentrirt sich die Kraft in einem Punkte und trifft und verlässt den Explosivstoff mit einer durch das schräge Auftreffen hervorgerufenen Reibung.

Im Pulver enthaltene Quarzkörner verursachen oft eine Entzündung desselben beim Drucke steinerner Walzen, und gleiche Wirkung übt eine abgeschossene Bleikugel auf Pulver, welches auf einer Holzunterlage sich befindet. Glühende und glimmende Körper und Funken entzünden das Pulver leichter als eine Flamme, weil erstere eine intensivere Temperaturerhöhung an einer Stelle hervorbringen als letztere. Eine Leuchtgasflamme entzündet das Pulver erst, nachdem es einige Secunden darauf eingewirkt hat, Schwamm erst nach dem Verglimmen zu Kohle; über dem Pulver abbrennende Schiessbaumwolle verändert dasselbe nicht, wohl aber, wenn beide in einem Raume fest eingeschlossen sind. In Wasserstoffgas erhitzt, entzündet sich Pulver gar

nicht, schwierig in Stickgas, ziemlich leicht in Kohlensäure. Nach den Untersuchungen von Munke, Hearder, Bianchi, Abel und Heeren explodirt das Pulver im luftleeren Raume selbst bei höherer Temperatur nicht, sondern brennt höchstens langsam ab, was wahrscheinlich darin seinen Grund hat, dass die unmittelbar von dem glühenden Körper berührten Pulvertheilchen Verbrennungsgase geben, welche beim augenblicklichen und bedeutenden Ausbreiten in dem leeren Raume zu viel Wärme binden und die Temperatur unter den Punkt herabstimmen, bei welchem sich Pulver entzündet. Nach Schrötter explodirt in dem Vacuum einer Luftpumpe befindliches Pulver beim Erhitzen mit einer Spirituslampe immer. Unter gewöhnlichem oder erhöhtem Luftdruck tritt beim Entzünden des Pulvers Explosion ein. Brennenden Schwefel kann man durch Aufschütten von Schiesspulver auslöschen.

Zwischen den Temperaturgraden, bei denen eine Entzündung der nicht gemischten Bestandtheile des Schiesspulvers erfolgt, finden bedeutende Unterschiede statt und zwar giebt zur Entzündung entweder der Schwefel oder die Kohle Veranlassung, je nachdem man langsam oder rasch erhitzt. Erwärmt man nach Violette eine kleine Menge Schiesspulver vorsichtig, so dass die Temperatur allmälig und gleichförmig steigt, so beginnt der Schwefel bei 120° C. zu schmelzen, nachdem vorher die Feuchtigkeit entwichen, die Pulverkörner kleben zusammen und bei weiterer Steigerung der Temperatur verflüchtigt sich Schwefel, bis er bei 250° C. verbrennt und eine Verpuffung des Pulvers veranlasst. Wird das Pulver langsam, aber nicht bis zu dem angegebenen Temperaturgrade erhitzt, so lässt sich aller Schwefel daraus austreiben, und es kann der Salpeter schliesslich schmelzen, ohne dass Verpuffung eintritt, namentlich in einer Wasserstoff- und Kohlensäureatmosphäre. Erhitzt man dagegen Pulver schnell auf eine Temperatur von etwa 300° C., so fängt zuerst die Kohle Feuer und führt die fast augenblickliche Verpuffung der ganzen Pulvermasse herbei. Die Kohle wird nach Abel durch die Beimengung von Schwefel bedeutend entzündlicher; denn bläst man Kohlenstaub gegen eine rothglühende Eisenplatte und er entzündet sich nicht, so tritt dies sofort mit lebhafter Feuererscheinung ein, wenn man Schwefelpulver beimischt. Nach Violette zersetzt bei 150 bis 432° C. dargestellte Kohle den Salpeter bei 400° C., Schwefel bei 432° C. und Gemenge von beiden entzünden sich schon bei 250° C.

Von wesentlichem Einflusse auf die Entzündlichkeit des Pulvers sind ausser dem quantitativen Verhältnisse der Bestandtheile die Feuchtigkeit desselben, die Beschaffenheit der Kohle (ob bei höherer oder niedriger Temperatur dargestellt, ob Schwarz- oder Rothkohle), die Dichtigkeit und die Grösse der Körner. Gekörntes Pulver ist weniger leicht entzündlich als ungekörntes oder staubiges, wie sich aus den von Violette mit den gebräuchlichsten Pulversorten angestellten Versuchen ergiebt. Das zu prüfende Pulver wurde in kleinen,

aber gleich grossen Mengen auf die Oberfläche von geschmolzenem Zinn geworfen, in das schmelzende Zinn der Theil eines Thermometers eingetaucht und die Temperatur des Zinnbades mittelst einer untergestellten Spirituslampe vorsichtig bis zur Entzündung des Pulvers gesteigert. Die erhaltenen Resultate waren:

	Entzündungstemperatur:	
	Pulver in eckigen Körnern	Pulverstaub
1) Sprengpulver	270°	265°
2) Kriegspulver	276°	266°
3) Feines Jagdpulver	280°	267°
4) Extra feines Jagdpulver	320°	270°

Obgleich das unter 1) angeführte Pulver mit Schwarzkohle und das unter 4) mit viel leichter entzündlicher Rothkohle bereitet war, so entzündete sich ersteres doch bei einem viel niedrigeren Temperaturgrade als letzteres. Zum Theile mag dies von der Verschiedenheit des Kornes herrühren, da der Staub jeder Pulversorte sich fast gleichmässig zwischen 265 bis 270° entzündet, zum Theile ist diese Verschiedenheit auch wohl durch den ungleichen Schwefelgehalt der Pulversorten bedingt. In den vier untersuchten Sorten ist dieser in dem Verhältnisse von 20 : 12,5 : 10 : 9 Proc. enthalten, und es scheint, dass das verbrennlichste Pulver die grösste Schwefelmenge enthalte und der Schwefel der bei einer allmäligen Temperaturerhöhung sich zuerst entzündende Bestandtheil sei, der die Entzündung auf Salpeter und Kohle übertrage. Mehlpulver ist zwar das entzündlichste, aber nicht das kräftigste Pulver, weil bei gleichen Gewichten dasselbe ein grösseres Volum einnimmt, als gekörntes Pulver. Dasselbe brennt langsamer ab als letzteres und wird deshalb, wie schon bemerkt, zu Feuerwerkssätzen gebraucht.

b) Die Verbrennung. Wenn man gutes Schwarzpulver auf weissem Papiere entzündet, so erfolgt eine rasche Verbrennung unter gerade aufsteigendem Rauche, ohne einen Rückstand auf dem Papiere zu hinterlassen. Bemerkt man schwarze Flecken auf demselben, so deutet dies auf zu viel oder auf schlecht gemengte Kohle. Dasselbe gilt von dem Schwefel, wenn gelbe Flecken zurückbleiben. Finden sich unverbrannte Körner vor, so ist dies eine Folge von schlechtem Mengen oder unreinem Salpeter. Das Papier darf keine Löcher eingebrannt erhalten, da dies nur bei feuchtem oder sonst schlechtem Pulver auftritt.

Chemische Vorgänge bei der Zersetzung des Pulvers.

Bei der Verbrennung des Pulvers unter gewöhnlichem oder höherem Drucke findet stets eine Umsetzung in der Weise statt, dass einerseits gasförmige Körper, andererseits ein fester Rückstand gebildet werden.

Diese Beobachtung hatte man schon ziemlich früh gemacht und stellte man bereits zu Anfang des 18. Jahrhunderts Versuche an, um die Menge des erzeugten „Dunstes", wie man die Gase nannte, zu messen. So fand Hawksbee (1702), dass 1 ccm Schiesspulver 232, Robin (1743) 244, Saluces (1761) 264 und Brianchon 400 ccm Gas für eine Temperatur von 0° C. und einen Luftdruck von 760 mm liefert. Woraus der Dunst bestand, ob aus einem oder mehreren Gasen, liess sich damals wegen des primitiven Zustandes, in welchem sich die Chemie noch befand, nicht bestimmen. Man erging sich daher in Vermuthungen. So meinte z. B. Newton (1705), dass die bei der Verbrennung des Schwefels sich bildende Schwefelsäure aus dem Salpeter den Salpeterspiritus treibe und diesen verbrenne, eine Anschauung, welche man mit nur geringer Abänderung noch 1771 bei Majow findet, welcher glaubte, dass das Phlogiston sich mit der Salpetersäure verbinde. Einen etwas klareren Gedanken giebt Ingenhous in seinen vermischten Schriften (1782), wenn er sagt, dass die Wirkung des Schiesspulvers aus der Verbindung der Kohle mit Sauerstoff hervorgehe.

Der annähernd richtige Nachweis über den Bestand des Gasgemenges blieb Gay-Lussac vorbehalten. Derselbe liess Pulver Korn für Korn in eine bis zur Rothgluth erhitzte Glasröhre fallen, an welcher eine Vorrichtung, um die Gase aufzufangen, angebracht war. Auf diese Weise erhielt er von einem Liter Jagdpulver, welches 900 g wog, 238 Liter Kohlensäure, 22,50 Liter Kohlenoxyd und 189 Liter Stickstoff, zusammen 449,50 Liter.

Nach den Untersuchungen von Gay-Lussac und Chevreul sind in 100 Thln. Gas enthalten:

Kohlensäure	45,4	53
Stickstoff	37,5	42
Kohlenoxyd	—	5
Stickoxyd	8,1	—
Kohlenwasserstoff	0,6	—
Ein eigenthümliches, aus Kohle, Wasserstoff und Sauerstoff bestehendes Gas	8,3	—
	99,9	100

In dem festen Rückstande, von dessen Natur man gar keine Kenntniss hatte, fanden Gay-Lussac und Chevreul schwefelsaures und kohlensaures Kalium neben Einfach-Schwefelkalium sowie dessen höheren Sulfureten.

Ihrer Zeit epochemachend waren die mit Jagdpulver von Bunsen und Schischkoff angestellten Versuche, welche später unter denselben Verhältnissen von Linck mit württembergischem Gewehrpulver wiederholt wurden. Aus diesem Grunde dürfte es daher schon wegen des besseren Ueberblickes zweckmässig erscheinen, die beiderseitigen Ergebnisse neben einander zu stellen.

Zusammensetzung des zur Untersuchung verwandten Pulvers:

		Bunsen und Schischkoff	Linck
		Jagdpulver	Gewehrpulver
Salpeter		78,99	74,70
Schwefel		9,84	12,45
Kohle	Kohlenstoff	7,69	9,05
	Wasserstoff	0,41	0,41
	Sauerstoff	3,07	2,78
	Asche	Spur	—
Wasser		—	0,60
		100,00	99,99

Zur Verbrennung des Jagdpulvers bedienten sich Bunsen und Schischkoff einer Kugelröhre, welche an dem einen Ende rechtwinkelig aufgebogen war. In diesen Theil der Röhre ragte eine etwa 1 m lange und 2,5 mm weite Glasröhre, welche an ihrem oberen Ende einen Messingaufsatz trug, dessen Mitte eine kleine kreisrunde Oeffnung besass. Der andere gerade Theil der Kugelröhre stand mit einem 25 mm weiten und 1,5 bis 2 m langen Rohre in Verbindung, durch welches ein dünnes, sogenanntes Saugrohr bis in die Nähe der Kugelröhre lief. An diesem Saugrohre waren Sammelröhrchen angebracht, welche in ihren Enden dünn ausgezogen und mit einem Aspirator in Verbindung gesetzt waren. Bei Ausführung des Versuches wurde die Kugelröhre erwärmt und über die 1 m lange Glasröhre ein Kautschukschlauch gezogen, in welchem sich ungefähr 20 g Jagdpulver befanden. Wurde der Schlauch in die Höhe gehoben, so fielen die Pulverkörner durch die kreisrunde Oeffnung des Aufsatzes hinab in die heisse Kugel, woselbst sie verbrannten. Der feste Rückstand blieb fast vollständig in der Kugel und deren Röhrenansatz, während der Pulverrauch sich in dem 1,5 bis 2 m langen Rohre absetzte und die gasförmigen Producte mit Hülfe des Aspirators in die Sammelröhrchen gelangten, welche mit Klemmschrauben verschlossen und darauf mit dem Löthrohre abgeschmolzen wurden.

Der in der Kugel verbliebene Rückstand hatte folgende Zusammensetzung:

Schwefelsaures Kalium	56,62
Kohlensaures Kalium	27,02
Unterschwefligsaures Kalium	7,57
Salpeter	5,19
Kalihydrat	1,26
Schwefelkalium	1,06
Kohle	0,97
Schwefelcyankalium	0,86
Schwefel	Spur
	100,55

Die Art der Bestimmung der einzelnen hier in Frage kommenden Körper sei nur kurz erwähnt.

Zur Bestimmung der unverbrannten Kohle wurden 7 g Substanz in heissem Wasser aufgelöst und die Kohle auf einem gewogenen Filter gesammelt, die abfiltrirte Flüssigkeit wurde mit Kupferoxyd in Berührung gebracht und nach Verlauf von zwei Tagen das Schwefelkupfer enthaltende Oxyd in rauchender Salpetersäure gelöst und die gebildete Schwefelsäure durch Chlorbaryum gefällt. Die Nachweisung des unterschwefligsauren Kaliums geschah mittelst titrirter Jodlösung. Das schwefelsaure Kalium wurde durch Fällen mit Chlorbaryum bestimmt, zur Bestimmung des kohlensauren Kaliums die Lösung mit Manganchlorür versetzt und der getrocknete Niederschlag in einem zur Kohlensäurebestimmung geeigneten Apparate mit verdünnter Schwefelsäure behandelt. Das im Kohlensäureapparate gelöst gebliebene Manganoxydul wurde mit kohlensaurem Natrium gefällt und unter Berücksichtigung, dass bei der Bestimmung des Schwefelkaliums das Kalium in Kalihydrat überging, die Menge Kalihydrat berechnet.

Das Schwefelcyankalium wurde colorimetrisch durch Eisenchloridlösung und titrirte Schwefelcyankaliumlösung bestimmt.

In dem Salpeter wurde die Salpetersäure durch Zink und Schwefelsäure in Ammoniak verwandelt und daraus die Menge Salpeter berechnet:

Der Pulverdampf hatte, in Procenten ausgedrückt, folgende Zusammensetzung:

Schwefelsaures Kalium	65,29
Kohlensaures Kalium	23,48
Unterschwefligsaures Kalium	4,90
Salpeter	2,48
Kohle	1,86
Kalihydrat	1,33
Schwefelcyankalium	0,55
Ammoniumsesquicarbonat	0,11
	100,00

Die Bestimmung der einzelnen Körper geschah nach den bereits oben erwähnten Methoden.

Nach diesem Versuche unternahmen Bunsen und Schischkoff noch einen weiteren, der dahin ging, zu bestimmen, wie viel Verbrennungsproducte (Rückstand und Rauch) eine bestimmte Menge Pulver bei dem Abbrennen liefere. Für 1 g Pulver erhielten sie 0,6806 g Rückstand und 0,3138 g Gase oder 193,1 ccm.

Linck erhielt auf diese Weise 0,6415 g Rückstand und 0,3581 g oder 218,35 ccm Gase bei 0° und 760 mm Druck. Der feste Rückstand hatte folgende Zusammensetzung:

	Bunsen und Schischkoff	Linck
Schwefelsaures Kalium	62,10	45,08
Kohlensaures Kalium	18,58	23,96
Doppelt-Schwefelkalium	—	14,94
Einfach-Schwefelkalium	3,13	—
Unterschwefligsaures Kalium	4,80	5,83
Ammoniumsesquicarbonat	4,20	3,18
Kohle	1,07	2,85
Salpetersaures Kalium	5,47	1,87
Schwefelcyankalium	0,45	1,81
Schwefel	0,20	0,48
	100,00	100,00

Die Pulvergase bestanden in 100 Volumtheilen aus:

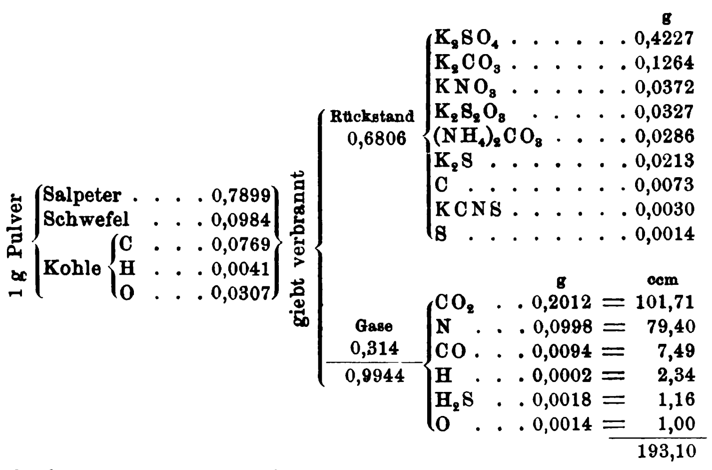
	Bunsen und Schischkoff	Linck
Kohlensäure	52,67	52,14
Stickstoff	41,12	34,68
Kohlenoxyd	3,88	4,33
Wasserstoff	1,21	1,63
Schwefelwasserstoff	0,60	7,18
Sauerstoff	0,52	0,04
	100,00	100,00

Die Analyse dieses aus sechs Gasen bestehenden Gemisches geschah in der Weise, dass zuerst im Absorptionsrohre die Kohlensäure und der Schwefelwasserstoff mit Kalilauge und der Sauerstoff durch pyrogallussaures Kalium bestimmt wurden. Darauf wurde der Gasrückstand in ein Eudiometer übergefüllt, mit überschüssigem Sauerstoffe und elektrolytischem Knallgase verpufft und der nach der Verpuffung übrig bleibende Sauerstoff mit überschüssigem Wasserstoffe verbrannt.

Ueber die genauere Ausführung dieser Versuche muss theils auf die Originalabhandlung in Poggend. Ann. **102**, 335 ff., theils auf Bunsen's „Gasometrische Methoden“ verwiesen werden.

Das Auffallende bei diesen Analysen hinsichtlich der Resultate ist der Umstand, dass hier freier Sauerstoff auftritt. Bunsen erklärt sich diese Erscheinung dadurch, dass der nach Verbrennung der Kohle und des Schwefels salpeterhaltige, als Rauch zertheilte Pulverrückstand kleine Mengen Sauerstoff während des Erkaltens ausgiebt.

Die Umsetzung, welche das Schiesspulver bei dem Abbrennen unter gewöhnlichem Luftdrucke erleidet, lässt sich nach diesen Untersuchungen durch folgendes Schema ausdrücken:



1 g Pulver		g	giebt verbrannt			g		ccm
Salpeter		0,7899	Rückstand 0,6806	K_2SO_4		0,4227		
Schwefel		0,0984		K_2CO_3		0,1264		
Kohle	C	0,0769		KNO_3		0,0372		
	H	0,0041		$K_2S_2O_3$		0,0327		
	O	0,0307		$(NH_4)_2CO_3$		0,0286		
				K_2S		0,0213		
				C		0,0073		
				KCNS		0,0030		
				S		0,0014		
			Gase 0,314	CO_2		0,2012	=	101,71
				N		0,0998	=	79,40
				CO		0,0094	=	7,49
			0,9944	H		0,0002	=	2,34
				H_2S		0,0018	=	1,16
				O		0,0014	=	1,00
								193,10

So interessant nun auch diese Versuche vom wissenschaftlichen Standpunkte aus sind, so lassen sich die dadurch gefundenen Ergebnisse doch nicht für die militärische Praxis nutzbar machen, weil hier die Verbrennung stets unter hohem Drucke erfolgt.

In dieser Richtung hat **Károlyi** Beobachtungen mit Gewehr- und Geschützpulver angestellt.

Die quantitative Zusammensetzung war

für Geschützpulver

Salpeter		73,78
Schwefel		12,80
Kohle	Kohlenstoff	10,88
	Wasserstoff	0,38
	Sauerstoff	1,85
	Asche	0,31
		100,00

für Gewehrpulver

Salpeter		77,15
Schwefel		8,63
Kohle	Kohlenstoff	11,78
	Wasserstoff	0,42
	Sauerstoff	1,74
	Asche	0,28
		100,00

Zur Ausführung des Versuches benutzte **Károlyi** eine luftleer gepumpte 60pfündige Bombe, in welche ein mit dem zu untersuchenden Schiesspulver angefüllter gusseiserner Cylinder eingeschraubt wurde, welcher an einem Ende eine Vorrichtung zur Entzündung des Pulvers durch den galvanischen Strom besass. Die Widerstandsfähigkeit des Cylinders und dessen Rauminhalt waren derart gewählt, dass das nach der Explosion entstandene Gas in der Bombe noch eine halbe Atmosphäre Ueberdruck besass, um dasselbe hinterher zur weiteren Untersuchung in die Maassgefässe überfüllen zu können.

Die Bestimmung der Gase sowie des festen Rückstandes geschah nach den Methoden, wie sie von Bunsen angegeben wurden.

Zur Untersuchung des Geschützpulvers wurden 36,8366 g verwandt. Dieselben lieferten an festem Rückstande 25,49 g und an Gasen 11,34 g. Letztere entsprechen für 0^0 und 760 mm Druck 7621,9 ccm. Es berechnen sich somit für 1 g Geschützpulver 0,692 g fester Rückstand und 0,307 g resp. 206,91 ccm Gase.

Die 25,49 g Rückstand hatten folgende Zusammensetzung:

	g	Gew.-Proc.
Schwefelsaures Kalium	13,61	53,39
Kohlensaures Kalium	7,14	28,01
Schwefel	1,73	6,79
Unterschwefligsaures Kalium	1,04	4,08
Ammoniumsesquicarbonat	0,99	3,88
Kohle	0,94	3,69
Schwefelkalium	0,04	0,16
	25,49	100,00

Die Zusammensetzung der 11,34 g Gase war folgende:

	g	Gew.-Proc.
Kohlensäure	6,40	42,74
Stickstoff	3,60	37,58
Kohlenoxyd	0,97	10,19
Wasserstoff	0,04	5,93
Grubengas	0,15	2,70
Schwefelwasserstoff	0,10	0,86
Verlust	0,08	—
	11,34	100,00

Zur Verbrennung des Gewehrpulvers wurden 34,153 g verwandt, welche an festem Rückstande 22,247 g und an Gasen 11,906 g lieferten. Letztere entsprachen für 0^0 und 760 mm Druck 7738 ccm. Danach berechnen sich für 1 g Gewehrpulver 0,651 g Rückstand und 0,348 g resp. 226 ccm Gase.

Die Analyse des Rückstandes gab folgende Werthe:

	g	Gew.-Proc.
Schwefelsaures Kalium	12,354	55,53
Kohlensaures Kalium	7,096	31,90
Ammoniumsesquicarbonat	0,908	4,08
Kohle	0,887	3,99
Unterschwefligsaures Kalium	0,605	2,72
Schwefel	0,397	1,78
	22,247	100,00

Die Analyse der Gase führte zu folgenden Zahlen:

	g	Gew.-Proc.
Kohlensäure	7,442	48,90
Stickstoff	3,432	35,33
Kohlenoxyd	0,504	5,18
Wasserstoff	0,047	6,90
Grubengas	0,167	3,02
Schwefelwasserstoff	0,079	0,67
Verlust	0,235	—
	11,906	100,00

Aus diesen Versuchen schloss Károlyi, dass die Verbrennungsproducte beim Pulver von der Art, wie die Verbrennung geschieht, wenig abhängig seien, dass aber die Zusammensetzung des Pulvers von Einfluss sei. Gegen diese Schlussfolgerung ist nun bedeutender Widerspruch erhoben worden, und hat unter Anderen Vignotti in seiner Abhandlung: De l'analyse des produits de la combustion de la poudre, Paris 1861, den Satz aufgestellt, dass die Verbrennungstemperatur des Pulvers mit den Verbrennungsproducten in Wechselbeziehung stehe. Als Beleg hierfür giebt er die Untersuchungsresultate dreier gleich dosirter (75 Proc. Salpeter, 12,5 Proc. Schwefel und 12,5 Proc. Kohle) Schiesspulversorten, von denen

Nr. 1 mit 22 procentiger Kohle,
„ 2 „ 32 „ „
„ 3 „ 39 „ „

angefertigt waren.

Die Verbrennung von je 20 g der drei Sorten fand in einem Apparate statt, dessen Einrichtung sich von dem Károlyi'schen nur dadurch unterschied, dass das Pulver in einem kleinen Mörser bei Anwesenheit von atmosphärischer Luft verbrannt wurde. Es ergaben:

pro Gramm	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3
Entwickeltes Gas	243,96 ccm	231,62 ccm	237,14 ccm
Kohlensaures Gas	119,33 „	136,765 „	145 „
Feste Rückstände	1,1475 g	0,6500 g	0,5604 g
Unlöslich darunter:			
Unverbrannte Kohle	0,834 „	0,543 „	0,4019 „
Unverbrannter Schwefel	0,2135 „	0,107 „	0,1585 „
Schwefel im gebildeten K_2SO_4 . .	1,116 „	1,836 „	2,17 „
Kohle im gebildeten K_2CO_3 . . .	0,1868 „	0,3765 „	0,443 „

Schiessversuche mit dem Gewehrpendel ergaben, dass die Anfangsgeschwindigkeit des Pulvers Nr. 1 grösser war, als die von Nr. 3, dass dagegen beim Schiessen aus 24 pfündigen Kanonen mit $^1/_3$ kugelschwerer Ladung Nr. 3 die grösste, Nr. 1 die mittlere und Nr. 2 die kleinste Geschwindigkeit den Geschossen ertheilte.

Hieraus schliesst nun Vignotti mit Rücksicht auf die erhaltenen Gasmengen, dass in kleinen Ladungen des Gewehrpendels für Nr. 1 die erlangte grössere Gasmenge ausschlaggebend gewesen sei, während in dem 24 pfündigen Rohre, wo trotz des grösseren entwickelten Gasquantums schwächere ballistische Wirkung auftrat, die Gastemperatur diesen Mangel zu Gunsten des Pulvers Nr. 3 compensirt haben müsse. Es wird also durch die Verbrennungstemperatur bei Nr. 3 in kleinen Ladungen der Ausfall an Spannung wegen des geringen Gasvolumens nicht ausgeglichen, aber dafür in stärkeren Ladungen, wo eine relativ

geringere Wärmeabgabe an die Wandungen des Geschosses stattfindet, grössere Geschossgeschwindigkeit und grössere Spannung erzeugt. Die Menge der vorhandenen Kohlensäure spricht für diese Annahme. Man hat daher auch auf Grund der Vignotti'schen Versuche gesagt: Je mehr Kohlensäure oder je mehr kohlensaures Kalium vorhanden ist, um so mehr Kohlensäure ist überhaupt gebildet worden und um so höher ist die Verbrennungstemperatur gewesen.

Ungefähr um dieselbe Zeit wie Vignotti machte Craig darauf aufmerksam, dass die Verbrennungsproducte je nach der Explosion unter einem grösseren oder geringeren Drucke ganz verschieden sind. Durch die Untersuchung des Rückstandes fand er, dass, wenn das Pulver unter schwachem Drucke verbrennt, schwefelsaures Kalium zurückbleibt, während bei höherem Drucke durch die Reduction des schwefelsauren Kaliums zu Schwefelkalium hauptsächlich letzteres gebildet wird.

Findet nun diese Ansicht in den Untersuchungen von Vignotti einen Stützpunkt, so gewinnt dieselbe noch mehr an Halt durch eine Arbeit von Fedorow.

Den Pulverrückstand bereitete sich Fedorow durch Abfeuern einer in eine vier Fuss lange Glasröhre eingefügten Pistole und durch Abfeuern einer kupfernen Neunpfünder-Kanone, wobei im letzteren Falle zu jedem Schusse drei Pfund (russisches) Pulver benutzt wurden.

Zusammensetzung des Pulvers und der Kohle im Pulver:

Salpeter	74,175
Kohle	14,835
Schwefel	9,890
Wasser	1,100
	100,000
Kohlenstoff	72,5
Wasserstoff	2,9
Sauerstoff	22,3
Asche	2,3
	100,0

Der Rückstand wurde in Wasser gelöst, filtrirt und das Filtrat mit kohlensaurem Cadmium mehrere Tage lang geschüttelt. Aus dem Schwefelgehalte des Schwefelcadmiums wurde der Schwefelgehalt des Schwefelkaliums berechnet, was zu viel schärferen Resultaten führt, als das von Bunsen und Schischkoff zu diesem Behufe verwendete Kupferoxyd. Das unterschwefligsaure Kalium wurde durch Fällen mit salpetersaurem Silber bestimmt, das Schwefelcyankalium colorimetrisch (nach Bunsen), das kohlensaure Kalium durch Fällen mit Manganchlorür und Wägen des Mn_3O_4. Der Salpetergehalt ergab sich aus der Differenz.

Die im Folgenden mitgetheilten Analysen sind das Mittel mehrerer gut unter sich übereinstimmender Resultate.

Zusammensetzung des auf 100 Thle. Trockensubstanz berechneten Pulverrückstandes:

	Blind geladen				Kanonenschuss mit 3 Pfund Ladung	
	0,75 g		1,5 g			
K_2SO_4	48,25	47,61	40,83	43,28	15,00	15,15
K_2CO_3	23,44	24,13	30,96	31,90	37,00	36,20
$K_2S_2O_3$	16,53	17,03	19,32	17,74	8,28	7,44
K_2S	0,97	0,54	2,49	1,67	38,18	39,55
KNO_3	5,81	5,66	2,79	1,73	—	—
KCNS	0,54	0,54	0,56	0,56	0,33	0,33
S	0,38	4,49 (S + C)	3,05 (S + C)	0,22	0,09	0,09
C	4,08			2,90	—	1,02
Sand, CuO	—	—	—	—	0,82	0,22
$(NH_4)_2CO_3$	Spur	Spur	Spur	Spur	—	—

Aus dieser äusserst interessanten Tabelle ersieht man, dass mit Vergrösserung der Ladung und Erhöhung des Druckes bei der Verbrennung auch eine grössere Zersetzung des Pulvers erfolgt, der Rückstand im gleichen Maasse hinsichtlich seines Gehaltes an Schwefelkalium und kohlensaurem Kalium zunimmt, wie er hinsichtlich seines Gehaltes an schwefelsaurem und unterschwefligsaurem Kalium abnimmt.

Zum Schlusse seien noch die von Poleck angestellten Versuche mitgetheilt, welche im Monate August und September 1865 zu Neisse erfolgten, um die Zusammensetzung der Minengase zu erfahren.

In die besonders zu diesem Zwecke angelegte Versuchsmine wurde durch die Verdämmung hindurch ein langes schmiedeeisernes Rohr gelegt, durch welches man mit Hülfe eines Aspirators die gebildeten Gase auffing. Die mit Gas gefüllten Sammelröhren wurden unmittelbar nach dem jedesmaligen Aufsammeln mit dem Löthrohre abgeschmolzen und nach der Bunsen'schen Methode analysirt. Das zum Sprengen der Mine verwandte Pulver enthielt 72 Proc. Salpeter, 11,88 Proc. Schwefel und 16,12 Proc. Kohle.

In der umstehenden Tabelle finden sich die bei dem Versuche erhaltenen Ergebnisse.

Wenn man diese Tabelle überblickt, so befremdet es sofort, dass die Kohlensäure in so geringer Menge hier auftritt. Die Erklärung hierfür findet sich in dem Umstande, dass von dem Verdämmungsmateriale vorzugsweise die Kohlensäure absorbirt wird. Um den Einfluss des Verdämmungsmateriales auf die Absorption der Gase zu untersuchen, wurden nach dem Aufräumen der Mine, was am sechsten Tage erfolgte, die absorbirten Gase durch Auskochen des Verdämmungsmateriales mit luftfreiem Wasser und im luftleeren Raume gewonnen.

Auf diese Weise ergaben sich in dem Rasen in 100 Thln.:

Kohlensäure	Wasserstoff	Stickoxydul	Stickstoff
73,32	1,11	0,81	24,76

Zusammensetzung in 100 Theilen	Unmittelbar nach der Explosion	$^1/_4$ Stunde später	8 Stunden später	$8^1/_2$ Stunden später
Kohlensäure	4,49	3,45	2,28	2,22
Kohlenoxyd	2,98	3,39	3,26	2,72
Grubengas	—	0,20	0,15	—
Wasserstoff	—	1,09	0,58	0,88
Stickoxydul	—	—	—	0,58
Sauerstoff	4,88	12,73	17,15	16,48
Stickstoff	87,65 [1] incl. Wasserstoff	79,14	76,58	77,12
Summa	100,00	100,00	100,00	100,00
Daher in 100 Theilen				
Pulvergase	76,72	39,27	18,18	21,38
Atmosphärische Luft	23,28	60,73	81,82	78,62

Aus diesem Umstande erklärt sich denn auch, dass die unmittelbar nach der Explosion in die Gallerie ausfliessenden Gase eine andere Zusammensetzung haben als jene, welche sich später aus dem Verdämmungsmateriale entwickeln. Keineswegs ersichtlich aber ist es, aus welchem Grunde die Menge Kohlenoxyd späterhin grösser wird, als unmittelbar nach der Explosion, um so weniger, als in dem Verdämmungsmateriale kein Kohlenoxyd nachweisbar war und eine Reduction der Kohlensäure zu Kohlenoxyd hinterher undenkbar ist.

Was das Auftreten von Grubengas anlangt, so mag dasselbe wohl bei der hohen Temperatur aus den verkohlten organischen Bestandtheilen der Verdämmung gebildet worden sein, obwohl, wenn Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff vorhanden waren, wie Poleck anzunehmen scheint, auch noch eine andere Bildungsweise möglich ist.

Ganz besonders hebt noch Poleck hervor, dass Schwefelalkalien in dem Verdämmungsmateriale nicht nachzuweisen waren. Allein, konnten dieselben während der sechs Tage bei dem Zutritte der atmosphärischen Luft nicht oxydirt worden sein?

So sorgfältig diese Versuche auch ausgeführt sein mögen, so kann man doch nicht behaupten, dass man durch dieselben einen vollständigen Einblick in die Menge der gebildeten Verbrennungsproducte des Sprengpulvers erhält; denn in Folge der grossen Absorption der Kohlensäure durch das Verdämmungsmaterial konnte den quantitativen Verhältnissen nicht genügend Rechnung getragen werden, so dass die Tabelle lediglich einen Ueberblick über die qualitative Zusammensetzung der Verbrennungsproducte des Sprengpulvers giebt, wobei der

[1]) Der eudiometrische Theil dieser Analyse verunglückte.

allerdings im concreten Falle sehr schwer zu untersuchende feste Rückstand fast unberücksichtigt geblieben ist.

Noble und Abel haben äusserst eingehende und vollständige Versuche über die Verbrennung von Schiesspulver gemacht und ihre Erfahrungen in den Berichten der Royal Society vom Jahre 1874 und 1880 veröffentlicht. Dieselben bedienten sich zweier cylindrischer Explosionsgefässe aus Flussstahl von 1 Liter, bezw. $^1/_2$ Liter Inhalt. Die Gefässe hatten drei Oeffnungen. Eine davon war durch eine Verschlussschraube geschlossen, welche mit einer Vorrichtung zur Entzündung des Gemisches durch den elektrischen Strom versehen war. Die zweite hatte ein Rohrstück eingeschraubt, welches mit einem Kautschukrohre zur Weiterführung der Verbrennungsgase verbunden war. Die dritte trug einen Quetschapparat zum Messen der Drucke. Die permanenten Gase wurden in einem besonderen Gasometer gesammelt und 5 bis 15 Minuten nach der Explosion in Röhren aufgefangen, welche sofort zugelöthet wurden. Der feste Rückstand wurde mit Meisseln abgeschlagen, da er fest an dem Cylinder haftete, und in trockenen Flaschen aufbewahrt.

In Folge von Einwendungen, welche insbesondere von Berthelot gegen die im Jahre 1874 veröffentlichten Resultate gemacht wurden, haben Noble und Abel im Jahre 1880 mit einer grösseren Anzahl von Pulvern ihre Untersuchungen vorgenommen.

Die verwendeten Pulvergattungen und deren Analyse zeigt folgende Tabelle:

Pulvergattung	Salpeter	Schwefel	Kohle					Kaliumsulfat	Kaliumchlorid	Wasser
			Gesammtkohle	Kohlenstoff	Wasserstoff	Sauerstoff	Asche			
Kieselpulver W. A.	74,67	10,07	14,22	12,12	0,42	1,45	0,23	0,09	—	0,95
R. L. G., W. A.	74,43	10,09	14,29	12,40	0,40	1,27	0,22	0,13	—	1,06
F. G., W. A.	73,55	10,02	14,59	11,36	0,49	2,57	0,17	0,36	—	1,48
Curtis und Harvey's Nr. 6	74,40	10,37	13,78	10,66	0,52	2,29	0,31	0,29	Spur	1,17
Spanisches Cylinderpulver .	75,30	12,42	11,34	8,65	0,38	1,68	0,63	0,27	0,02	0,65
Sprengpulver	61,66	15,06	21,41	17,93	0,66	2,23	0,59	0,12	0,14	1,61

Mit diesen Pulvern wurde eine grosse Reihe von Versuchen angestellt, bei welchen das Verhältniss zwischen dem Volumen des Pulvers und dem Fassungsraume des Explosionsgefässes wechselte.

Das Volumen der permanenten Gase der verschiedenen zum Ver-

Verbrennungsproducte		Kieselpulver		R. L. G., W. A.		F. G., W. A.		Curtis u. Harvey's Nr. 6	Span. Cylinder-pulver	Spreng-pulver
		Maxim.	Minim.	Maxim.	Minim.	Maxim.	Minim.			
Gasförmige Producte	CO_2	27,85	25,05	27,60	24,80	28,92	24,90	25,93	24,57	22,79
	CO	5,72	3,67	5,81	3,09	5,80	2,59	2,47	1,36	15,22
	N	11,76	11,03	12,26	10,51	11,71	10,65	11,32	11,08	8,58
	HS	1,83	0,71	1,77	0,62	1,53	0,82	0,83	0,97	3,89
	C_2H_4	0,14	—	0,17	0,01	0,10	—	0,46	—	0,70
	H	0,09	0,04	0,40	0,03	0,10	0,05	0,08	0,03	0,17
	O	—	—	0,22	—	0,10	—	—	0,07	—
Totale der gasförmigen Producte		44,84	43,18	43,69	42,15	43,72	41,47	41,09	38,08	51,35
Feste Producte	$KO.CO_2$	37,11	29,77	38,02	28,77	34,34	25,08	34,13	21,86	19,45
	$KO.SO_3$	8,58	5,28	14,03	2,76	14,01	10,42	12,50	29,75	0,28
	KS	12,49	6,66	10,83	6,20	12,14	4,73	7,17	4,73	17,45
	$KCyS$	0,33	0,03	0,21	—	0,15	—	—	0,02	1,39
	KNO_5	0,27	—	0,33	—	0,16	0,05	0,17	0,58	0,04
	KO	—	—	—	—	3,15	—	—	—	—
	$NH_4O.CO_2$	0,09	0,03	0,08	0,02	0,09	0,01	0,05	0,02	0,84
	S	6,17	2,34	7,18	2,72	5,79	2,33	3,72	4,31	6,64
	C	—	—	0,41	—	—	—	—	—	0,95
Totale der festen Producte		56,82	55,13	57,86	56,31	58,53	56,28	58,91	61,92	48,65

suche gelangten Pulver pro Gramm trockenen Pulvers, auf 0° und 0,760 m Druck gebracht, war wie folgt:

	ccm
Kieselpulver W. A.	278,3
R. L. G., W. A.	274,2
F. G., W. A.	263,1
Curtis u. Harvey's Nr. 6	241,0
Spanisches Cylinderpulver	234,2
Sprengpulver	360,3

Bezüglich des Procentgehaltes der Verbrennungsproducte seien in vorstehender Tabelle die Maxima und Minima der einzelnen Bestandtheile angegeben, wie sie von Noble und Abel gefunden wurden.

Die ursprünglich von Noble und Abel berechneten Tabellen über die Zersetzungsproducte waren auf die Annahme basirt, dass sich bei der Verbrennung des Pulvers kein Kaliumbisulfid bilde. Die von Débus im Jahre 1882 ausgeführten Arbeiten haben jedoch diese Forscher davon überzeugt, dass solches thatsächlich entstehe, und die obige Tabelle wurde deshalb von ihnen mit Rücksicht auf diese Débus'schen Arbeiten umgerechnet.

Débus betrachtet nämlich die Verbrennung des Pulvers als aus zwei hinter einander verlaufenden Vorgängen zusammengesetzt. Der erste ist ein Oxydationsprocess, bei welchem Kaliumsulfat und Carbonat, Kohlensäure, Stickstoff und vielleicht auch Kohlenoxyd gebildet werden, und der zweite ein Reductionsprocess, bei welchem unverändert gebliebener Kohlenstoff auf das beim Oxydationsprocesse gebildete Kaliumsulfat reducirend wirkt und zugleich freier Schwefel das Kaliumcarbonat zersetzt. In diesem zweiten Processe bildet sich nach seiner Ansicht das Kaliumbisulfid.

Diejenigen, welche sich über diese Frage genauere Auskunft verschaffen wollen, seien auf die Arbeiten dieser Autoren verwiesen [1]).

[1]) Noble und Abel, Researches on Explosives, II. Fired Gunpowder. Philosophical Transactions of the Royal Society 1874 und 1880; ferner Débus, Liebig's Ann. 1882, 212, 257; 213, 15; 265, 257; vergl. auch Nickel, Zeitschr. f. physikalische Chemie 1892, S. 454.

Nitrokörper.

Eine grosse Anzahl von Stoffen lässt sich durch Behandlung mit Salpetersäure in Explosivstoffe verwandeln, welche zum Theile Salpetersäureäther der betreffenden Stoffe, zum Theile Nitroverbindungen sind. Die Bildung dieser Körper ist eine Folge der Substitution von Wasserstoffatomen durch die sogenannten Nitrogruppen (NO_2), wobei Wasser gebildet wird. Je nach der Anzahl der substituirten Wasserstoffatome unterscheidet man Mono-, Di-, Tri-, Tetra- u. s. w. Nitrokörper. Eigentlich praktisch verwendbare Explosivstoffe bilden meist bloss Körper mit höherem Stickstoffgehalte, oder wie man sich nicht ganz zutreffend ausdrückt, von höherer Nitrationsstufe, doch haben auch solche mit niedrigem Stickstoffgehalte häufig grosse Verwendung gefunden, und insbesondere für die modernen rauchlosen Pulver, wo brisante Wirkung weniger erwünscht ist, sind solche vielfach gewählt worden. Die in Nitrokörper zu verwandelnden Stoffe sollen bei der Behandlung der betreffenden Nitrokörper näher erwähnt werden. Im Nachfolgenden seien jedoch einige Angaben gemacht über die eigentlichen Rohmaterialien für die Nitrirung.

Salpetersäure. Näheres über die Erzeugung von Salpetersäure siehe Muspratt's Chemie, Bd. VII.

Die für die Nitrirung erforderliche Salpetersäure wird von wechselnder Stärke verlangt, obzwar man in neuerer Zeit immer mehr die Tendenz hat, ausschliesslich stärkste Salpetersäure zu verwenden und lieber die Nitrirdauer zu kürzen. Für hochexplosive Stoffe, wie Schiessbaumwolle, Nitroglycerin und dergleichen, wird die Salpetersäure so hochprocentig als möglich genommen. Nur für Collodiumwolle, Pikrinsäure, Nitrobenzol und andere, von welchen besondere Kraftentfaltung nicht erfordert wird, genügt Salpetersäure von etwa 65 Proc. Monohydrat (1,400 spec. Gewicht), häufig auch noch schwächer. Die allgemein verwendete hochgrädige Salpetersäure enthält mindestens 94 Proc. Monohydrat (1,500 spec. Gewicht). Verunreinigungen werden nicht geduldet, insbesondere Chlor und Sulfate sollen vollkommen ausgeschlossen sein. Nur die bei so hohem Procentgehalte fast unvermeidliche Untersalpetersäure wird gestattet, jedoch höchstens in Mengen bis zu 1 Proc.

Die Meinungen über die Schädlichkeit der Untersalpetersäure sind getheilt. Während die Einen glauben, dass die Untersalpetersäure in Folge ihrer leichten Oxydationsfähigkeit zu Zersetzung Anlass bieten kann, halten Andere dieselbe wieder für vollkommen unschädlich. Da Explosivstofffabriken sich sehr häufig die benöthigte Salpetersäure selbst erzeugen und bei diesen der Gehalt an Untersalpetersäure mit eine Frage der Oekonomie ist, so ist man geneigt, in solchen Fabriken die Schädlichkeit der Untersalpetersäure weniger zu berücksichtigen.

Bei schwächerer Salpetersäure wird schon in Folge der Erzeugungsweise der Gehalt an Untersalpetersäure ein geringerer sein und er lässt sich auch durch Einleiten von erwärmter Luft leicht entfernen.

Die Farbe der hochprocentigen Salpetersäure ist in Folge des Gehaltes an Untersalpetersäure mindestens lichtgelb, gewöhnlich etwas röthlich. Je mehr Untersalpetersäure darin enthalten ist, desto dunkler wird die Säure. Beim Verdünnen mit Wasser wird sie durch Anwesenheit der Untersalpetersäure grünlich gefärbt.

Die Salpetersäure wird gewöhnlich in Glasballons oder Thonkrügen aufbewahrt. Die Glasballons stehen in den üblichen Körben aus Weiden- oder Bandeisengeflecht mit einer Zwischenlage von Stroh.

Bei der Aufbewahrung solcher Salpetersäure sind besondere Vorsichtsmaassregeln geboten. Sie entwickelt in der Wärme leicht Dämpfe, und deshalb dürfen die Ballons nicht dicht verschlossen werden, sondern müssen aufgelegte Stöpsel haben. Um nun zu verhindern, dass Regenwasser, Staub oder dergleichen in dieselben eindringe, kann man die Hälse und Stöpsel mit einem Lehmklumpen verschliessen, doch ist es viel angezeigter, über den Hals einfach eine Glaskappe nach Art eines umgestürzten Blumentopfes zu geben. Das Stroh der Ballons soll unverbrennlich gemacht werden, was am besten durch Eintauchen des leeren Korbes in eine Lösung von Chlorzink oder auch Bisulfat geschieht. Sonnenlicht zersetzt die Salpetersäure unter Bildung von Untersalpetersäure, und deshalb streicht man die unbedeckten Theile der Ballons mit Kalkmilch an.

Trotz aller Vorsichtsmaassregeln können Ballons zerspringen. Die ausfliessende Salpetersäure setzt sehr leicht andere Ballons in Brand oder zersprengt sie, und die entweichenden Dämpfe von Untersalpetersäure sind für die Athmungsorgane in ausserordentlichem Maasse giftig. Es haben sowohl in Elberfeld, wie in Berlin schwere Brände mit massenhafter Erkrankung, zum Theile auch tödtlichem Ausgange, der bei dem Löschen oder Bergungsarbeiten beschäftigten Feuerwehrleute und Arbeiter stattgefunden. Die davon Befallenen spüren anfangs keine Schmerzen, sondern erst nach 12 Stunden stellen sich unter heftigen Krämpfen Beschwerden der Athmungsorgane ein, und es scheint vorläufig noch kein eigentliches Mittel zu geben, um Linderung oder Rettung herbeizuführen.

Es ist deshalb zweckmässig, das Lager für die Salpetersäure mit

grosser Sorgfalt anzulegen. Die Ballons sollen in zwei Reihen auf Untersätzen aus Ziegeln oder Steinbrocken ruhen, welche von dem Boden des Lagers mindestens 5 cm abstehen. Die Ballons können in Reihen von je zwei gegen einander angeordnet werden, mit einem Zwischenraume von mindestens 60 cm zwischen jeder Doppelreihe, so dass der Arbeiter jeden Ballon bequem herausnehmen und im Falle eines Brandes die Säure herausfliessen kann. Das gesammte Lager soll einen Abfluss gegen eine entfernte Grube besitzen. Springt einmal ein solcher Ballon, so kann man mit einer langen Stange, die einen eisernen Haken trägt, einen solchen Ballon rasch aus seiner Reihe heraus in den Zwischengang werfen, dann aber überlasse man ihn seinem Schicksale und versuche nicht, ihn zu löschen, gehe auch nicht in die Nähe.

Einiges über die Eigenschaften der Salpetersäure haben wir schon vorher erwähnt. Reine Salpetersäure von höchster Concentration greift Metalle nicht an, sobald sie jedoch Untersalpetersäure oder Wasser enthält, werden Metalle in immer steigendem Maasse angegriffen. Gusseisen wird durch concentrirte Salpetersäure in den sogenannten passiven Zustand versetzt, in welchem es nicht angegriffen wird. Aluminium scheint sich in Salpetersäure im Allgemeinen gut zu verhalten, und seine Verwendung für Apparate, Röhren und dergleichen nimmt immer mehr zu. Zink reducirt die Salpetersäure zu Ammoniak.

Salpetersäure siedet je nach dem Wassergehalte bei verschiedener Temperatur. Reine Salpetersäure siedet bei 86°. Die verschiedenen Siedepunkte sind in nachfolgender Tabelle angeführt:

Spec. Gew.	Siedepunkt	Spec. Gew.	Siedepunkt	Spec. Gew.	Siedepunkt
1,52	86°	1,42	123°	1,30	113°
1,50	99°	1,40	119°	1,20	108°
1,48	115°	1,35	117°	1,15	104°

Die Bestimmung des Siedepunktes von Salpetersäure bietet nicht unbedeutende Schwierigkeiten. Das Thermometer muss in die Dämpfe der Salpetersäure ziemlich knapp an der Oberfläche der Flüssigkeit gehalten werden, und das Ablesen muss beim Erscheinen der ersten Blase erfolgen, weil sonst durch stetige Zersetzung der Salpetersäure das Thermometer fortwährend steigt, bis es eine nahezu constante Temperatur von 123° annimmt.

Die qualitative Untersuchung der Salpetersäure auf Verunreinigungen mit Chlor, Sulfaten und Eisen erfolgt in der üblichen Weise. Ein Vorhandensein von Untersalpetersäure erkennt man sofort an der mehr oder weniger gelben Farbe.

Die quantitative Untersuchung erfolgt hauptsächlich zur Werthbestimmung bei der Fabrikation und wird am besten auf den Gehalt an reinem Salpetersäuremonohydrat berechnet.

Man schlägt in einem 100 ccm fassenden Kolben mit eingeriebenem Glasstöpsel eine kleine Menge Wasser vor, wiegt Kolben und Wasser ab und lässt etwa 10 ccm Salpetersäure aus einer Pipette einfliessen,

worauf man abermals wiegt und bis zu 100 ccm auffüllt. Man entnimmt nach sorgfältigem Schütteln 10 ccm mit einer Pipette und titrirt mit Zehntelnormal-Sodalösung unter Verwendung von Phenolphtaleïn oder Methylorange als Indicator. Letzteres ist vorzuziehen. 1 ccm Zehntelnormal-Sodalösung entspricht 0,0063 g Salpetersäuremonohydrat. Genauere Resultate erzielt man, wenn man etwa 2 g wie oben in einem Kolben abwiegt, und das Ganze nach Verdünnen mit Wasser titrirt. Die so gefundene Zahl giebt die Gesammtsäure als Salpetersäure berechnet an; von derselben wird jedoch der Gehalt an Untersalpetersäure abzuziehen sein, welcher auf folgende, zuerst von Feldhaus vorgeschlagene und von Lunge genau durchgearbeitete Methode zu finden ist:

Man giebt in ein Erlenmeyer'sches Kölbchen aus einer Bürette eine ungefähre Menge Zehntelnormal-Chamäleonlösung, lässt in dieselbe unter Umschwenken aus einer genauen Pipette 2 ccm Salpetersäure Tropfen für Tropfen einfliessen, wobei man die Vorsicht zu gebrauchen hat, die Pipette knapp über die Chamäleonlösung zu halten.

Die Menge der verwendeten Salpetersäure soll genügen, um die Chamäleonlösung zu entfärben. Man verdünnt hierauf mit Wasser und fügt weiter Chamäleonlösung aus der Bürette hinzu, bis nach einer Minute langem Umschwenken noch deutliche Rosafärbung vorhanden ist. Wenn diese Vorsicht nicht gebraucht wird, so findet bedeutende Erwärmung statt, und es entwickeln sich salpetrige Dämpfe, welche das Resultat beeinträchtigen. 1 ccm Zehntelnormal-Chamäleonlösung entspricht 0,0046 g Untersalpetersäure. Das so gefundene Gewicht an Untersalpetersäure wird durch das specifische Gewicht der Salpetersäure dividirt und mit 100 multiplicirt, und ergiebt das Volumgewicht an Untersalpetersäure in Procenten Monohydrat.

Unter der Voraussetzung, dass die Salpetersäure keine andere Verunreinigung als Untersalpetersäure enthält, lässt sich der Gehalt an reinem Salpetersäuremonohydrat auch mit Hülfe der Tabelle von Lunge und Rey bestimmen, indem man das specifische Gewicht der Salpetersäure mit einem in der vierten Decimalstelle genauen Aräometer bestimmt, hierauf nach der oben angegebenen Methode den Gehalt an Untersalpetersäure findet und diesen von dem Salpetersäuregehalte, welcher dem specifischen Gewichte der Säure nach der Tabelle entspricht, in Abzug bringt. Für die meisten Fälle ist diese Bestimmung genügend.

Schwefelsäure. Ueber Erzeugung und Eigenschaften s. Muspratt's Chemie, Bd. VII.

Man verwendet ausschliesslich hochprocentige Schwefelsäure, da Säure von geringerer Concentration nicht in der erforderlichen Reinheit im Handel vorkommt.

Falls eine Verdünnung des Nitrirgemisches nothwendig ist, wird dieselbe mit Wasser vorgenommen. In den meisten Fällen kann man

dies vortheilhafter dadurch thun, dass man geringprocentige Salpetersäure mit hochprocentiger Schwefelsäure vermischt. Von der Schwefelsäure wird verlangt, dass sie möglichst frei von Eisen und Blei sei und höchstens $^1/_{10}$ Proc. Arsen enthalte, da Eisen wie Arsen zur Reduction der Nitrokörper Veranlassung geben.

Für Nitroglycerin, hochgrädige Schiessbaumwolle und dergleichen muss die Schwefelsäurc mindestens 96 Proc. Monohydrat haben. Die Prüfung wird durch Titriren einer gewogenen Menge, gewöhnlich 2 g, mit Zehntelnormal-Sodalösung und Methylorange als Indicator vorgenommen. Manchmal giebt man einen Ueberschuss von Sodalösung und titrirt mit Zehntelnormal-Schwefelsäurelösung zurück.

Die Aufbewahrung der Schwefelsäure erfolgt wohl auch in Ballons, in grösseren Fabriken aber fast ausschliesslich in schmiedeeisernen Reservoirs, wozu alte Dampfkessel vorzüglich geeignet sind. Selbst Schwefelsäure von 1,600 spec. Gew. (Abfallsäure) lässt sich auf diese Weise ohne Nachtheil aufbewahren, wenn man die Vorsicht gebraucht, alle Oeffnungen dicht zu verschliessen, um den Zutritt der Luftfeuchtigkeit zu verhindern.

In manchen Fabriken ist es üblich geworden, die Abfallsäure durch Zusatz von Schwefelsäureanhydrid in fester oder flüssiger Form zu verstärken. Direct ist dies nicht möglich, weil die entwickelte Wärme so bedeutend ist, dass sie alle Salpetersäure aus der Abfallsäure verjagen würde. Man hat deshalb zu dem Auskunftsmittel gegriffen, dass man vorerst die Salpetersäure mit Anhydrid mischt und dieses Gemisch dann in entsprechendem Verhältnisse zu der Abfallsäure hinzufügt. Hierbei ist wohl noch immer starke Kühlung erforderlich, die Wärmeentwickelung erfolgt aber in zwei Stadien und ist deshalb in den einzelnen nicht so bedeutend. Es ist Sache der Rechnung, ob die Verstärkung durch Anhydrid ökonomisch ist oder nicht. Nach den Erfahrungen des Verfassers ist sie es fast niemals. Da die Schwefelsäure bei der Nitrirung nicht aufgebraucht wird, vielmehr durch das gebildete Wasser verdünnt wird, so entsteht durch den Zusatz von Anhydrid stets ein Ueberschuss von Schwefelsäure, welcher sich allmälig anhäuft, und sofern dafür nicht anderweitig Verwendung gefunden werden kann, eher ein Hinderniss als einen Nutzen bildet. Andererseits lässt sich die Wiederbelebung der Säuren bei entsprechend gewählten Verhältnissen auch mit gewöhnlicher Schwefelsäure herstellen.

Die Schiessbaumwolle.

Bildung und Zusammensetzung. Es wurde schon im geschichtlichen Theile erwähnt, dass zuerst Braconnot, und später Schönbein, Otto, Pelouze und viele Andere eine ganze Reihe von cellulosehaltigen Materialien durch Behandlung mit Salpetersäure oder einer Mischung von Salpetersäure und Schwefelsäure in eine explosive Verbindung



überführten, welche heutzutage mit dem allgemeinen Namen Nitrocellulose belegt wird. Die Zusammensetzung der reinen Cellulose ist $C_{12}H_{20}O_{10}$, und dieselbe Zusammensetzung haben sowohl reine Holzfaser, wie Stärke, Gummiarten, Dextrin u. s. w., wenn auch ihr Aeusseres von dem der Holzfaser vollständig verschieden ist.

Man hat früher angenommen, dass beim Behandeln der Cellulose mit Salpetersäure 3 Aeq. Wasser durch 3 Aeq. Salpetersäure ersetzt werden, und hat dem so erhaltenen Producte den Namen Trinitrocellulose gegeben. Bei Verwendung schwächerer Salpetersäure erhielt man eine Nitrocellulose mit geringerem Stickstoffgehalte, und nahm an, dass dies eine Nitrocellulose sei, in welcher nur 2 Aeq. Wasser substituirt seien und nannte sie Dinitrocellulose. Eder hat später gefunden, dass er Nitrocellulose herstellen konnte, deren Stickstoffgehalt zwischen der Dinitrocellulose und einer als möglich denkbaren Mononitrocellulose stände, und deshalb berechnete er unter Verdoppelung der Celluloseformel sechs Arten von Nitrocellulose, ohne dass es ihm gelang, eine Mononitrocellulose herzustellen. Vieille, welcher seine Versuche mit einem Ueberschusse von Säure bei einer Temperatur von 11^0 durchführte, fand acht Stufen von Nitrocellulose, verdoppelte also die Formel Eder's, und gab der Nitrocellulose Formeln von der Endeka- bis herab zur Tetra-Cellulose an. Mendelejeff glaubte sogar, in seinem Pyrocollodion eine weitere Zwischenstufe gefunden zu haben, und verdoppelte Vieille's Formel, so dass schliesslich eine Cellulose mit 48 Kohlenstoffmolekülen sich ergab. Unterstützt wurden diese Ansichten durch die Thatsache, dass gewisse Arten von Nitrocellulose, insbesondere jene mit einem Stickstoffgehalte unter 13 Proc., in einer Mischung von Aetheralkohol löslich waren, während solche darüber sich in demselben unlöslich zeigten, und dass ferner Schiessbaumwolle mit dem höchstmöglichen Stickstoffgehalte hochexplosive Eigenschaften zeigte, während mit dem Abnehmen des Stickstoffgehaltes die Explosionswirkung rapide herabging. In neuerer Zeit neigt man sich ganz allgemein der Ansicht zu, dass es eine scharf abgegrenzte Stufe der Nitrirung nicht giebt, und dass, sofern es sich nicht um eine mechanische Mischung von sogenannter löslicher und unlöslicher Nitrocellulose handelt, der Uebergang von einer sogenannten Nitrirungsstufe in die andere ein allmäliger ist. Ja, es hat sich sogar gezeigt, dass es möglich ist, Nitrocellulosen mit verhältnissmässig geringem Stickstoffgehalte zu erzeugen, welche in Aetheralkohol vollständig unlöslich sind, während andere von höherem Stickstoffgehalte darin leicht sich lösen. Von Interesse in dieser Beziehung sind die von Sir Henry Roscoe mitgetheilten Versuche in dem von Nobel gegen die englische Regierung angestrengten Processe, welche er mit Säuren verschiedener Stärke zur Erzeugung von löslicher und unlöslicher Schiessbaumwolle anstellte. Er machte eine Mischung von 25,1 Thln. Salpetersäure-Monohydrat, 60,9 Schwefelsäure-Monohydrat und 14 Thln. Wasser und eine andere Mischung aus 17,55 Thln.

Salpetersäuremonohydrat, 77,05 Schwefelsäuremonohydrat und 5,40 Thln. Wasser. In der 50 fachen Menge dieser Säuregemische nitrirte er Baumwolle zwei Stunden lang zwischen 20 und 25° und erhielt mit der ersten Säuremischung eine lösliche Schiessbaumwolle von 12,738 Proc. Stickstoffgehalt und mit der zweiten eine unlösliche Schiessbaumwolle von 12,83 Proc. Stickstoffgehalt. Seitdem ist es sogar schon gelungen, lösliche Schiessbaumwolle von 13,2 Proc. Stickstoffgehalt und unlösliche Schiessbaumwolle von 12,8 Proc. Stickstoffgehalt im Grossen herzustellen.

Man hat die Schiessbaumwolle früher für eine Nitroverbindung gehalten, doch ist diese Ansicht durch die zuerst von Béchamp ausgesprochene Auffassung verdrängt worden, nach welcher dieselbe ein Ester (Aether) der Salpetersäure ist. Die Berechtigung dieser letzteren Auffassung ergiebt sich aus zahlreichen Reactionen der Schiessbaumwolle. Concentrirte Schwefelsäure bewirkt schon in der Kälte langsame Zersetzung und macht Salpetersäure frei. Mässig concentrirte Alkalilösung (Kali- und Natronlauge) bildet bei gewöhnlicher Temperatur langsam, bei 60 bis 80° sehr schnell, salpetersaure Alkalien unter Regeneration von Baumwolle. Auch Ammoniakflüssigkeit wirkt analog nach Béchamp und Guignet, während nach Blandeau intermediäre Amidoverbindungen entstehen sollen. Auch Eisenchlorür, $Fe_2 Cl_4$ (Béchamp), sowie Kalium- und Ammoniumsulfhydrat (Hadow, v. Pettenkofer) regeneriren Baumwolle, während die frei gewordene Salpetersäure Eisenchlorür oxydirt und die Sulfhydrate in schwefelsaure Salze überführt.

Alle diese Reactionen sind zwanglos nur mit der Annahme eines Salpetersäureesters vereinbar.

Die Erzeugung der Schiessbaumwolle. Die Erzeugung der Schiessbaumwolle, und beinahe aller Nitrokörper, besteht im Wesentlichen darin, dass das Rohmaterial (Baumwolle, Glycerin und dergleichen) in ein Gemenge von Salpetersäure und Schwefelsäure gegeben und darin längere oder kürzere Zeit der Einwirkung der Salpetersäure ausgesetzt wird, dass ferner die nicht zur Einwirkung gelangten Säuren von dem Explosivstoffe getrennt und dieser hernach, meist unter Zusatz von Alkalien, so lange gewaschen wird, bis er alle Spur von Säure verloren hat.

Eigentlich wäre es zur Erzeugung von Schiessbaumwolle nur nöthig, dieselbe mit Salpetersäure zusammenzubringen. Da jedoch bei der Bildung der Nitrocellulose Salpetersäure in die Cellulose eintritt und Wasser austritt, so wird durch dieses die noch zurückgebliebene Salpetersäure fortwährend verdünnt, wodurch der Stickstoffgehalt der Nitrocellulose allmälig geringer wird. Um nun die Salpetersäure stets auf möglichst gleicher Stärke zu erhalten, greift man zu dem Auskunftsmittel, dieselbe mit Schwefelsäure zu vermengen, welche das freiwerdende Wasser aufnimmt.

Heutzutage, wo die Herstellung der Schiessbaumwolle im grössten Maassstabe und überall so ziemlich nach derselben Methode ausgeführt wird, ist es wohl überflüssig, die einzelnen Phasen aufzuführen, welche die Nitrirmethode durchgemacht hat. Hauptschwierigkeit war stets, die Schiessbaumwolle nach erfolgter Nitrirung von den anhaftenden Säurespuren vollständig zu befreien und sie gegen Temperatureinflüsse möglichst stabil zu machen. Schon Schönbein hat die Schiessbaumwolle mit verdünnten Alkalien und schliesslich mit Wasser gewaschen. v. Lenk, der Erfinder des so lange in Oesterreich im Gebrauche gewesenen Grossverfahrens, tränkte die Schiessbaumwolle schliesslich mit Wasserglaslösung. Doch erst John Tonkin jun. aus Pool in England patentirte am 6. Februar 1862 die noch heute überall übliche Art der Erzeugung und Reinigung durch Zerkleinerung in Holländern, und Sir Frederick Abel führte nach langen Versuchen diese Methode, in Verbindung mit der Herstellung gepresster Körper, im Jahre 1865 ein.

Die zur Schiessbaumwolleerzeugung verwendete Baumwolle wird aus ökonomischen Gründen nicht im natürlichen Zustande genommen, sondern man nimmt meist Spinnereiabfälle, welche durch Reiss- und Krempelmaschinen wieder in Faserform gebracht werden. In Ausnahmefällen, wo es auf ganz besondere Gleichmässigkeit der Baumwolle nicht ankommt, verwendet man auch Baumwolllumpen, welche natürlich sorgfältigst gereinigt werden müssen. Es hat sich auch in anderen Fällen vortheilhaft erwiesen, statt der Baumwolle Löschpapier zu verwenden, welches aus reinen Baumwollfasern erzeugt wurde. Während die Baumwolllumpen eine geringe Absorption für Säure zeigen und deshalb in kleineren Säuremengen nitrirt werden können, bedarf das Baumwollpapier seiner hohen Saugfähigkeit wegen einer grösseren Säuremenge, hat aber dagegen den Vortheil, fast augenblicklich die Nitrirung vor sich gehen zu lassen. Spinnereiabfälle werden, wie gesagt, in Reissmaschinen zerfasert, und deren Construction ist in Fachwerken zu finden. In einzelnen Fabriken begnügt man sich mit Reisswölfen, nämlich einer Trommel mit eingesetzten Zähnen, die einer kleineren, ähnlich besetzten Walze gegenüber steht, und diese hat dann lediglich den Zweck, die Gespinnstfasern zu lockern und zu strecken. Vortheilhafter ist es, hinter das Walzenpaar eine Anzahl Karden zu stellen, welche die Fäden vollständig öffnen und zu Fasern zerreissen. Zur Erzielung ganz gleichmässiger Resultate beim Nitriren ist es natürlich am besten, vollständig zerfaserte Baumwolle ohne Fäden oder Knoten zu verwenden. In Deutschland benutzt man in einzelnen Fabriken eine Reissmaschine, welche aus einer grossen hölzernen Scheibe besteht, auf der radial eine Anzahl von Sägeblättern angeordnet ist. Diese Scheibe befindet sich in einem Mantel und durch einen Spalt in demselben drückt eine kleine Walze die Baumwolle gegen die Scheibe an. In Waltham-Abbey wird die Baumwolle nach dem Zerreissen

durch eine Art Guillotineschneidemaschine in kurze Stücke von etwa 5 cm Länge zerschnitten.

Nur selten wird die Baumwolle, wie sie die Spinnerei verlässt, verwendet. Es ist fast allgemein üblich, dieselbe von allem, sowohl in der Baumwolle natürlich enthaltenem, wie durch das Spinnen hinzugekommenem Fette zu befreien. Zu diesem Zwecke wird sie in grossen Bottichen mit zweiprocentiger Sodalösung gekocht, sodann wiederholt bis zu vollständiger Neutralität ausgewaschen, in Centrifugen von dem anhaftenden Wasser befreit und schliesslich in einem Trockenschranke vorläufig getrocknet. In manchen, insbesondere in englischen, Fabriken hat man die Behandlung der Baumwolle mit Soda nicht für nöthig befunden, doch wird meistens auf diese Reinigung sehr grosser Werth gelegt.

In der Baumwollreinigungsanstalt von M. Gladbach wird dieselbe zuerst in Hochdruckkesseln, System Scheurer-Roth, mit Natronlauge unter Druck gekocht, hierauf in mit Schaufeln versehenen Wollwaschmaschinen gewaschen, sodann in mit Blei ausgeschlagenen Vacuumapparaten mit Chlor gebleicht, hierauf mit Schwefel oder Salzsäure angesäuert, abermals in Waschholländern gewaschen, schliesslich centrifugirt und getrocknet. Fertige Abfälle werden in dieser Anstalt vorher noch mit Kalkwasser unter Druck gewaschen.

Gut gereinigte Baumwolle soll in destillirtem Wasser gerade noch zu Boden sinken. — Ungereinigte Wolle schwimmt auf dem Wasser, weil ihr specifisches Gewicht durch den Gehalt an Fett etwas geringer ist. — Sie soll ferner vollkommen neutral sein und im Augenblicke ihrer Verwendung nicht mehr als $^1/_2$ Proc. Feuchtigkeit enthalten.

In Deutschland wird verlangt, dass die Baumwolle, in Wasser getaucht, binnen zwei Minuten untersinke, dass sie beim Nitriren keinen Brei bilde, mit Aether behandelt nur 0,9 Proc. Fett ergebe, und dass nur Spuren von Chlorkalk, Magnesia, Eisen, Schwefelsäure und Phosphorsäure vorhanden seien.

In England wird verlangt, dass die Baumwolle, wenn im Soxhlet'schen Extractionsapparate vier Stunden lang mit 100 ccm Aether behandelt, nicht mehr als 1,1 Proc. Fettgehalt zeige, und im Luftbade bei 100° getrocknet, nicht mehr als 8 Proc. Feuchtigkeit ergebe.

Da die fettige Rohbaumwolle zur Selbstentzündung geneigt ist, so thut man gut, dieselbe in luftigen Räumen und in nicht zu grossen Ballen aufzubewahren.

Die Reinigung wird jetzt seltener in Schiessbaumwollfabriken selbst vorgenommen. Es giebt bedeutende Händler, welche die Reinigung und Zerfaserung in grossem Maassstabe ausführen und die Baumwolle schon fertig vorbereitet abliefern. Nach dem Oeffnen der Ballen wird die Baumwolle sorgfältigst mit der Hand sortirt, um etwa vorhandene Nägel, Holz und dergleichen zu entfernen und sie wird sodann bei etwa 100° getrocknet, bis sie fast ganz frei von Feuchtigkeit ist. Die einfachste Art der Trocknung besteht darin, dass man in einen Kasten

eine Anzahl von Rahmen einschiebt, deren Boden mit Drahtgewebe bezogen ist, und auf diese Rahmen die Baumwolle legt. An dem Boden des Kastens sind Dampfrohre angebracht, und Luft streicht über dieselben, entweder durch natürlichen Zug oder besser durch einen Ventilator eingeblasen, und von da durch die lose aufgelegte Baumwolle hindurch.

In Stowmarket und Moulin Blanc verwendet man eiserne Cylinder, welche mit einem Dampfmantel umgeben sind, giebt die Wolle hinein und schiebt einen Deckel auf, von dem ein Rohr zu einem saugenden Gebläse führt. Dies giebt eine sehr rasche Trocknung, ist jedoch etwas kostspielig.

In Waltham-Abbey hat man eine Trockenmaschine. Dieselbe besteht aus einem hohen, länglich-viereckigen Kasten aus Eisenblech. In demselben sind in kurzen Entfernungen endlose Tücher über zwei Rollen gespannt, von denen die eine nachgespannt werden kann, während die Welle der anderen durch den Kasten hindurchgeht und eine kleine Riemenscheibe aufgesetzt hat. Die endlosen Tücher sind in der Weise angeordnet, dass je eines etwa 60 cm hinter dem anderen zurücksteht. Dadurch fällt die Baumwolle von dem oberen Tuche auf das untere. Die einzelnen Riemenscheiben sind durch einen endlosen Riemen mit einander verbunden, wodurch abwechselnd ein endloses Tuch in der einen Richtung, dass andere in der anderen Richtung bewegt wird. Die Folge davon ist, dass die Baumwolle, welche von dem oberen Tuche auf den freien Theil des unteren fällt, von dem in entgegengesetzter Richtung bewegten Tuche weiter geführt und auf das nächste fallen gelassen wird. Zwischen je zwei solcher Tücher ist eine doppelte Blechplatte eingesetzt, welche durch Dampf geheizt wird. Ein Ventilator bläst Luft von unten nach oben in den Kasten und eine vor den Kasten gesetzte Staubkammer verhindert das Weitertragen feiner Bestandtheile. Das letzte Tuch ladet die Baumwolle auf ein Transportband ab, welches sie nach der Abkühlkammer bringt. Die Bewegung der Baumwolle erfolgt mit einer Geschwindigkeit von etwa 1,83 m (6′) pro Minute. Die gesammte Länge der Tücher ist 38,30 m (126′). Die Dauer der Trocknung beträgt sonach 21 Minuten.

In der Abkühlkammer wird die Baumwolle in Mengen von 0,566 kg ($1^1/_4$ Pfd.) in Blechbüchsen gegeben, welche einen dicht schliessenden Deckel haben. In diesen Büchsen bleibt die Baumwolle über Nacht zu vollständiger Abkühlung.

Wie immer die Baumwolle getrocknet sein mag, wird sie in entsprechender Menge abgewogen und sofort in dicht schliessende hölzerne Behälter oder solche aus verzinntem Bleche gebracht und über Nacht abkühlen gelassen.

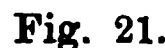
Das Säuregemisch. Schon v. Lenk hat zur Herstellung von Schiessbaumwolle ein Gemisch von einem Theile Salpetersäure und

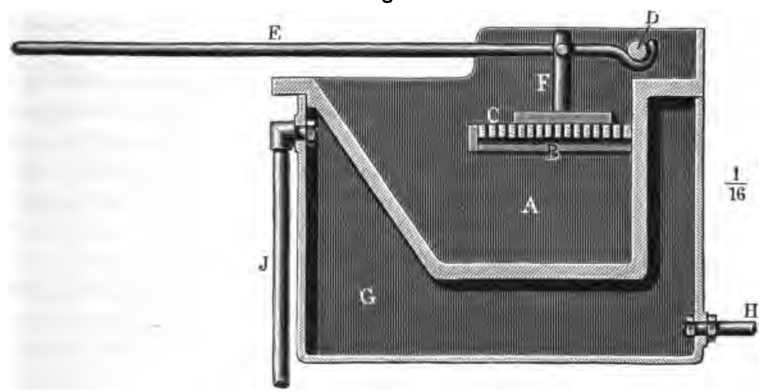
3 Thln. Schwefelsäure, beide von höchster Concentration, verwendet, und dieses Mischungsverhältniss ist auch noch heute für Schiessbaumwolle von höchstem Stickstoffgehalte allgemein gültig. Will man Nitrocellulose von geringerem Stickstoffgehalte oder vollständiger Löslichkeit erzeugen, so wird das Mischungsverhältniss geändert. Wir werden darüber später bei der Beschreibung der Erzeugung löslicher Schiessbaumwolle näher sprechen.

In sehr vielen Fabriken ist es üblich, die Säuren in gewogenen Mengen in grosse cylindrische Gefässe aus Gusseisen zu füllen und sie durch ein Rührwerk zu mischen. Manchmal erhält dieses Rührwerk eine Vor- und Rückwärtsbewegung, um die Mischung noch inniger zu gestalten. Von dem Mischwerke läuft die Säure in gusseiserne Vorrathsbehälter, in welchen sie zugleich abgekühlt wird. Der Verfasser hat durch eine Reihe von Versuchen festgestellt, dass eine mechanische Vermengung der Säure nicht nothwendig ist, um vollständige Gleichmässigkeit des Säuregemisches zu erzielen. Es genügt, die Salpetersäure in ein Gefäss aus Blei oder Gusseisen und darauf die Schwefelsäure zufliessen zu lassen. Die beiden Säuren verbinden sich augenblicklich, und selbst nach tagelangem Stehen findet eine Entmischung der Säuren nicht statt. Wenn man zwei oder mehrere solcher Mischgefässe anordnet, so kann man stets genügend Zeit verfliessen lassen, um die Säure im Mischgefässe abkühlen zu lassen. Man kann sie aber auch durch eine in Wasser gelegte bleierne Kühlschlange entweder direct in einen Montejus oder in ein Vorrathsgefäss laufen lassen. Falls die Säure auf grössere Entfernung transportirt werden muss, so befördert man sie am besten durch Montejus, wie sie in der chemischen Industrie bekannt sind. Bei der Anordnung dieser Montejus hat man darauf Rücksicht zu nehmen, dass die Mischsäure eine grössere Viscosität und ein höheres specifisches Gewicht als Wasser besitzt. Man kann also mit einem Luftdrucke von vier Atmosphären höchstens auf 12 m Höhe mit Sicherheit heben, und wenn die Entfernung irgendwie bedeutender ist, muss man einen grossen Sicherheitscoëfficienten annehmen. Die Rohrleitungen müssen mindestens 10 mm Bleistärke und möglichst grossen Durchmesser haben. Sie müssen in gleichmässigem Falle geführt sein; Einsenkungen und Krümmungen sind zu vermeiden und an dem höchsten Punkte Entlüftungsvorrichtungen anzubringen, um Wasserschläge zu verhindern. Auch ist darauf Rücksicht zu nehmen, dass bei strenger Winterkälte die Säure einfrieren kann. Deshalb ist es wohl nothwendig, die Rohre mit Wärmeschutzmasse zu umgeben. In neuerer Zeit wird versucht, continuirlich wirkende Druckgefässe zu benutzen, wie sie z. B. von Kuhlmann in Lille und der Wilhelmshütte in Eulau geliefert werden, doch sind noch nicht genügende Erfahrungen damit vorhanden. In manchen Fabriken wird sowohl die Salpetersäure wie die Schwefelsäure in stets gleichen gewogenen Mengen in Thon- oder Glasballons aufbewahrt. In diesem Falle giesst man

die Säuren aus den Ballons direct in das Mischgefäss. Bei anderen Anlagen werden die Salpetersäureballons gewogen, während die Schwefelsäure aus einem Vorrathsgefässe in einen auf einer Wage stehenden Kasten läuft, von wo dann ein Theil in das Mischgefäss abgelassen und die Differenz gewogen wird. Die fertige Mischsäure wird entweder in das Nitrirgefäss bis zu einer bestimmten Marke laufen gelassen, oder man entnimmt sie einem auf einer Wage stehenden Kasten.

Nitrirung. Die Nitrirung der Schiessbaumwolle geschieht entweder in eisernen oder bleiernen Gefässen oder in besonderen Nitrirapparaten oder in Nitrircentrifugen. Die eisernen Gefässe sind gewöhnlich zu drei neben einander geordnet und haben dann ein viertes Gefäss zur Aufnahme des Säuregemisches für die Wiederbelebung der Säure. Fig. 21


Fig. 21.



zeigt einen solchen Nitrirapparat im Querschnitte. *A* ist ein Nitrirgefäss, dessen eine Stirnwand schräg ist, um kleinere Flocken Schiessbaumwolle herausziehen zu können. Das rückwärtige Ende erweitert sich zu einer Stufe *B*. Ueber dieser Stufe befindet sich auf angegossenen Leisten ein gusseiserner Rost *C*, und darüber läuft quer eine schmiedeeiserne Stange *D*. Wenn die Baumwolle nitrirt ist, so wird sie mit einer flachen, schmiedeeisernen Gabel auf den Rost gelegt. Sodann nimmt der Arbeiter einen langen schmiedeeisernen Hebel *E*, der am einen Ende in einen kleinen Bogen ausläuft und auf etwa $^1/_8$ seiner Länge in einem Scharniere beweglich einen Pressstempel *F* trägt. Diesen Hebel schiebt der Arbeiter mit seinem gekrümmten Ende unter die Eisenstange und kann auf diese Weise die Baumwolle mit ziemlicher Kraft auspressen. Die drei Nitrirgefässe stehen in einem gemeinsamen gusseisernen Kasten *G*, in welchem Wasser bei *H* ein- und bei *J* austritt, wodurch das Säuregemisch entweder fortwährend abgekühlt oder erwärmt gehalten werden kann. Die Nitrirgefässe sind gewöhnlich längs einer Mauer angebracht und über denselben befinden sich Abzugshauben zum Absaugen der Gase. Häufig sind diese Abzugshauben

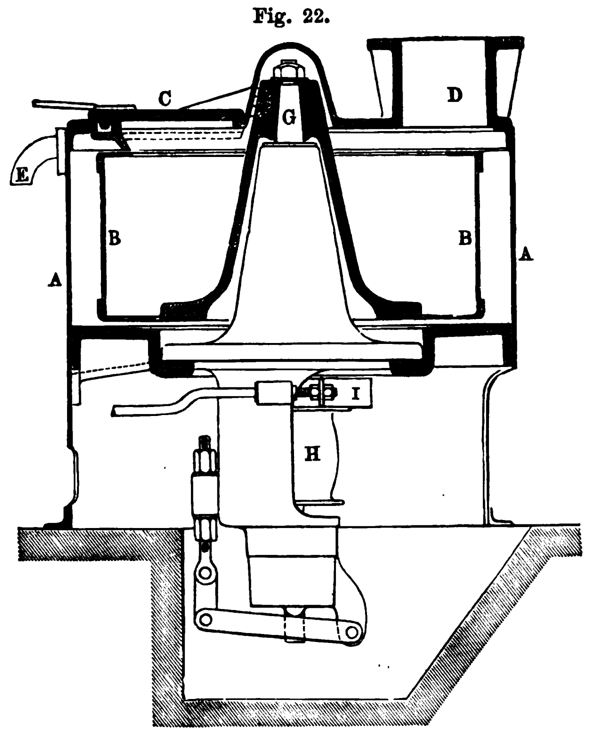
durch eine gemeinsame Thonrohrleitung verbunden, und ein Dampfstrahlgebläse oder Flügelventilator saugt die Gase ab. Ein solcher Flügelventilator müsste aus mit Blei überzogenem Eisen oder aus Holz hergestellt sein und ist in beiden Fällen leicht der Abnutzung unterworfen. Man hat deshalb in Waltham-Abbey zu dem Auskunftsmittel gegriffen, an einer geeigneten Stelle der Thonrohrleitung durch ein Root-Gebläse Luft nach aufwärts in die Thonrohrleitung zu blasen. Die Bewegung dieser Luft ist genügend, um hinter der Einmündungsstelle ein Vacuum zu erzeugen, welches die Gase absaugt. Die die Kästen abschliessende Mauer hat manchmal den einzelnen Nitrirgefässen gegenüber kleine Oeffnungen, durch welche die Baumwolle von rückwärts durch einen Arbeiter auf einer Rinne eingeschoben und dann von dem nitrirenden Arbeiter herabgenommen wird. In anderen Fabriken steht eine Anzahl von Bleitöpfen, die mit einem schmiedeeisernen Gerippe umgeben sind, in grossen Bassins, in welchen kaltes oder warmes Wasser circulirt, und die Baumwolle wird einfach aus bereit stehenden Behältern in die Töpfe eingetaucht. Mechanische Nitrirapparate haben sich nicht bewährt. Ein solcher Apparat bestand aus einem gusseisernen Kasten mit einem gewölbten Deckel und einer Oeffnung zum Ein- und Austragen der Baumwolle und der Säure, welche Oeffnung durch eine Glasscheibe geschlossen wurde. Durch den Deckel hindurch ging eine auf Trägern geführte eiserne Schraubenspindel, die eine durchlochte Eisenplatte trug. Die Baumwolle wurde bei herabgelassener Platte eingetragen und nach erfolgter Nitrirung gegen den Deckel durch Hinaufschrauben der Platte aufgepresst, während man die Säure durch einen Ablaufstutzen abliess. Dergleichen Apparate waren viel zu sehr dem Angriffe durch die Säuredämpfe unterworfen und kamen leicht ausser Ordnung.

Zur Nitrirung von Holzcellulose verwendet die Güttler'sche Fabrik in Jessen cylindrische Bottiche aus Aluminium mit einem mechanischen Rührwerke, um die in kleinen Flocken von 0,3 bis 0,8 mm Durchmesser vorbereitete Cellulose fortwährend in Bewegung zu erhalten.

In den letzten Jahren kamen vielfach Nitrircentrifugen in den Gebrauch. Eine solche von Selwig und Lange in Braunschweig mehrfach gelieferte Nitrircentrifuge ist in Fig. 22 abgebildet. Dieselbe besteht aus einer Centrifuge üblicher Construction, welche innerhalb des Mantels *A* einen durchlochten eisernen Korb *B* von 0,850 m Durchmesser trägt. Der Deckel ist mit einer Klappe *C* versehen, durch welche das Eintragen der Baumwolle stattfindet. Sie hat ferner ein 200 mm weites Abzugsrohr *D* zur Entfernung der Säuredämpfe, und sie werden in der üblichen Weise durch ein Sauggebläse in eine Thonrohrleitung und von da in einen Absorptionsthurm geführt. Der Korb ist auf einem Halslager *G* in der üblichen Weise aufgehängt und dieses durch eine Welle durch das Gestelle hindurch mit der Riemen-

scheibe *H* verbunden. Eine Bandbremse *I* dient dazu, die Maschine nach erfolgtem Centrifugiren rasch stillstehen zu machen. Das Arbeiten mit dieser Säurecentrifuge erfolgt in der Weise, dass ein am Boden des Mantels angebrachter Säureablasshahn geschlossen, die Säure eingelassen und die Centrifuge bis auf etwa 2 cm unter den oberen Rand mit Säure gefüllt wird. Man versetzt nun die Trommel in lang-

Fig. 22.



same Umdrehung und trägt währenddem 8 kg Baumwolle nach und nach ein. Diese erhöht das Säureniveau um etwa 1 cm. Der Apparat wird dann bei geöffnetem Klappendeckel sich selbst überlassen; dies kann unbedenklich erfolgen, weil das Sauggebläse nicht gestattet, dass Säuredämpfe austreten. Nach etwa 30 Minuten ist die Nitrirung beendigt; man lässt die Säure ab, schliesst den Deckel und lässt die Centrifuge sodann in rasche Drehung gelangen, wonach die Baumwolle mit Scheerenzangen herausgenommen werden kann.

Das Nitriren selbst geschieht in einfacher Weise durch Einlaufenlassen der 30- bis 50fachen Menge des Säuregemisches in die Nitrirgefässe und rasches Eintauchen der Baumwolle. Ueber die beste Methode der Nitrirung sind die Ansichten getheilt. In England zieht man es vor, $1^1/_4$ Pfd. Baumwolle in 220 Pfd. des Säuregemisches einzutauchen, fünf Minuten lang darin zu lassen und die Schiessbaumwolle

sodann auf dem Roste auszupressen. So vorgepresste Schiessbaumwolle enthält sodann noch etwa das Elffache ihres Gewichtes an Säure aufgesaugt und wird in schwach conische Töpfe aus Steingut mit dicht schliessendem Deckel gegeben, welche in Kühlbassins zur sogenannten Nachnitrirung gestellt werden. Diese Nachnitrirung dauert etwa 24 Stunden. In Deutschland und in anderen Ländern lässt man die Baumwolle ein bis zwei Stunden lang in dem Säuregemische stehen und bringt sie von dort direct in die Säurecentrifugen. Manchmal hat man ein gemischtes Verfahren, indem man eine halbe Stunde lang nitrirt und zwei bis drei Stunden lang nachnitrirt. Bei guter, saugfähiger Baumwolle ist die Nitrirung eigentlich binnen wenigen Minuten für die meisten Zwecke genügend vollständig. Wo man aber auf genau bestimmten Stickstoffgehalt hinarbeitet, ist es besser, mehr Zeit auf die Nitrirung zu verwenden. In dieser Hinsicht hat M. Bruley, Ingenieur der französischen Pulverfabriken, interessante Versuche durchgeführt. Aus der grossen Anzahl seiner Versuche seien drei typische Fälle in nachfolgender Tabelle hervorgehoben.

Er verwendete reine Verbandwatte und nahm drei Säuremischungen von folgendem Gehalte:

	Schwefelsäure		Salpetersäure		Wasser	
	Thle.	Proc.	Thle.	Proc.	Thle.	Proc.
I.	100	61,16	29,3	17,92	34,2	20,92
II.	100	51,90	58,3	30,25	34,4	17,85
III.	100	67,43	29,3	19,76	19	12,81

Indem er 4 g Baumwolle in 400 g des Säuregemisches nitrirte, erhielt er folgende, mit der Dauer der Nitrirung wechselnde Ergebnisse:

Nitrirdauer	Säuregemisch I	II	III
	Cubikcentimeter Stickstoff		
1 Stunde	165,8	186,8	206,4
2 Stunden	166,8	189	209,4
4 "	167,8	191,8	209,2
6 "	167,8	190,8	210,2
8 "	166,8	191,8	211,2
12 "	—	—	210,8
24 "	166,8	190,4	210,6

Uebersieht man die verschiedenen Apparate für die Nitrirung, so fällt es auf, dass das Nitriren in kleinen Gefässen, meist aus Steinzeug, sich fast überall noch erhalten hat. Auf den ersten Blick sollte man glauben, dass das Arbeiten mit Nitrircentrifugen grössere Vortheile bieten muss, weil in denselben grössere Quantitäten auf einmal behandelt werden können und es nicht nöthig ist, die nitrirte Baumwolle zu entfernen, um die Säure auszuschleudern.

Nichtsdestoweniger haben sich Nitrircentrifugen nicht allgemein einbürgern können, weil der stete Contact von Säuren und sauren Gasen mit Bewegungsmechanismen denselben schädlich ist und häufige

ziemlich kostspielige Reparaturen erfordert. Ausserdem benöthigt die Verwendung von Säurecentrifugen bedeutendere Capitalauslagen, weil die Baumwolle ein bis zwei Stunden lang in denselben verbleibt und deshalb eine grössere Anzahl solcher Centrifugen zur Bearbeitung einigermaassen bedeutender Mengen von Baumwolle erforderlich ist.

Dieselben Gründe sprechen gegen die Verwendung anderer mechanischer Nitrirapparate.

Ein Vortheil der Nitrircentrifugen ist unbedingt der, dass die aus denselben abgeschleuderte Säure bequem gesammelt und für eine nächste Operation wieder hergestellt werden kann. Doch hat man keine besondere Schwierigkeit gefunden, dies auch bei kleineren Apparaten, wie Töpfen und dergleichen, zu thun.

Nitriren in Bleigefässen hat den Vortheil, dass etwa zerstörte Gefässe leicht ausgebessert werden können und schliesslich noch immer als altes Blei einen Werth haben; Eisengefässe dagegen werden unbrauchbar. Dagegen hat Schiessbaumwolle in Bleigefässen erzeugt einen grösseren Aschengehalt.

Das Nitriren in grossen eisernen Bottichen mit oder ohne Nachnitriren scheint im Ganzen genommen doch die meisten Vorzüge zu besitzen.

Ausschleudern der Säure. Wird die Nitrirung in Nitrircentrifugen vorgenommen, so schleudert man die Säure direct in denselben aus. Bei Verwendung von gusseisernen Nitrirtrögen wird, wie früher erwähnt, die nitrirte Baumwolle auf dem hinten befindlichen Roste vorläufig ausgepresst und dann mit grossen, flachen, eisernen Gabeln oder mit Scheerenzangen in Steinzeugtöpfe gebracht, in welchen sie entweder der Nachnitrirung überlassen bleibt oder sofort zu den Säurecentrifugen gebracht wird.

Säurecentrifugen sind Centrifugen nach Art der Zucker- oder sonstigen Centrifugen, deren Beschreibung hier wohl überflüssig ist. Statt der üblichen Körbe aus gelochtem Kupferbleche haben die Säurecentrifugen einen Korb aus Schmiedeeisen mit Löchern von etwa 5 mm Durchmesser. Obzwar Schmiedeeisen den Säuren nicht besonders widersteht und derlei Körbe etwa alle zwei Jahre ausgewechselt werden müssen, sind sie doch lange allgemein in Verwendung geblieben, da kein anderes, besseres Material zur Verfügung stand. In neuerer Zeit hat man versucht, die Körbe aus geschmiedetem Stahl herzustellen, welcher bedeutend mehr Widerstand leistet, und in allerneuester Zeit hat man in Folge vielfacher Hinweise des Verfassers in England Körbe aus Aluminium eingeführt, welche bisher sehr zufriedenstellend in Thätigkeit sind.

Die Säurecentrifugen sind oben mit einem Scharnierdeckel versehen, der den grössten Theil der Oberfläche bedeckt, während von dem feststehenden Theile ein Säureabzugsrohr die während des Ausschleuderns entwickelten Dämpfe entfernt. Manchmal kann der Deckel ganz durch

ein Gegengewicht gehoben werden, und das Abzugsrohr befindet sich im Mantel.

Säurecentrifugen haben meist einen Durchmesser von 800 mm oder auch von 1000 mm. Im ersteren Falle giebt man ihnen 1000 Umdrehungen per Minute, im letzteren 800, was ungefähr einer Umfangsgeschwindigkeit von 40 m pro Secunde entspricht; der Antrieb der Säurecentrifugen wird wegen der den Raum erfüllenden sauren Gase durch imprägnirte Baumwollriemen oder durch Gummiriemen bewerkstelligt.

Um im Falle eines Brandes des Centrifugeninhaltes die Centrifugen zu isoliren, wird gewöhnlich jede für sich in einer Kammer aufgestellt. Man giebt je nach der Grösse der Centrifuge den Inhalt einer Anzahl von Töpfen, gewöhnlich von sechs, auf einmal in die Centrifuge. Findet die Nitrirung direct in den Töpfen statt, so lässt sich der Inhalt leicht einschütten. Wenn die Töpfe zur Nachnitrirung dienen, so hat sich die Schiessbaumwolle ziemlich fest angesetzt und sie muss mit einer kurzen eisernen Gabel losgelöst werden, was mit einem einfach drehenden Handgriffe geschieht.

Die Dauer des Ausschleuderns ist gewöhnlich fünf Minuten, bei einer Umfangsgeschwindigkeit des Korbes von 40 m pro Secunde, und die zurückbleibende Schiessbaumwolle enthält nur mehr etwa 30 Proc. Säure.

Die ablaufende Säure wird meist in Reservoirs gebracht, und sobald eine grössere Menge sich angesammelt hat, wird deren Gehalt an Salpetersäure- und Schwefelsäuremonohydrat bestimmt und die zur Wiederbelebung nöthige Menge von Säure berechnet.

Falls die Wiederverwendung nicht beabsichtigt wird, bringt man sie zur Denitrirung, was aber zur Folge hat, dass die Säure mit Wasserdampf behandelt werden muss, wodurch sowohl die resultirende Salpetersäure, wie die verbleibende Schwefelsäure sehr verdünnt wird, und erstere schlecht verkäuflich wird, letztere aber wieder concentrirt werden muss.

Der Verfasser hat mit Hülfe seines Systems zur Erzeugung von Salpetersäure und der Guttmann-Rohrmann'schen Condensationsbatterie es zu Stande gebracht, die Abfallsäuren direct ohne vorherige Denitrirung zur Erzeugung von höchstgrädiger Salpetersäure zu verwenden und trotz des bis zu 10 Proc. betragenden Wassergehaltes ausschliesslich Salpetersäure von 96 Proc. Monohydrat zu erhalten, die natürlich sofort wieder verwendet werden kann.

Die Abfallsäure hat eine durchschnittliche Zusammentzung von:

	Von der Schiesswollefabrikation	Von der Collodiumwollefabrikation
Salpetersäuremonohydrat	10	30
Schwefelsäuremonohydrat	80	50
Wasser	10	20

Sie ist durch feine Schiessbaumwolltheilchen getrübt und muss,

wie alle Abfallsäuren, vor äusseren Einflüssen sorgfältig bewahrt werden, da sie leicht zersetzlich ist.

Wiederbelebung des Säuregemisches. Nachdem die Baumwolle im Säuregemische behandelt wurde, hält sie etwa das Elffache ihres Gewichtes an Säure aufgesaugt. Es bleiben aber je nach der angewendeten Säuremenge in dem Nitrirgefässe wechselnde Mengen von Säure zurück, die z. B. beim englischen Systeme für je 1 kg Baumwolle 165 kg, beim deutschen Systeme etwa 40 kg betragen. Es geht nun nicht gut an, die Säure jedesmal bei Seite zu geben und neue Mischsäure zu verwenden; dies würde das Nitriren von Baumwolle viel zu kostspielig machen. Es war deshalb von jeher Werth darauf gelegt worden, die Säure wieder zu beleben, das heisst durch entsprechenden Ersatz die Säure wieder verwendungsfähig zu machen.

Wo man in grossen eisernen Töpfen arbeitet und nur die fünfzigfache Menge des Säuregemisches verwendet, entfernt man dann gewöhnlich ein Viertel der Abfallsäure und ersetzt sie durch ein neues Gemisch von einem Theile Salpetersäure und drei Theilen Schwefelsäure.

Bei dem englischen Verfahren hat man gewöhnlich an der Seite des Nitrirgefässes ein Vorrathsgefäss für Mischsäure, und der Arbeiter schöpft mit einem eisernen Löffel entweder bis zu einer Marke neue Säure ein, oder er giebt eine Anzahl von Löffeln, deren Gewicht vorher bestimmt wurde, zu.

Da jedoch bei der Nitrirung stets Wasser gebildet wird, wie aus der Zusammensetzung der Abfallsäure oben ersichtlich ist, und mindestens drei Viertel des gesammten entstandenen Wassers in der Abfallsäure verbleiben, so ist es klar, dass nach jeder neuen Operation die Schiessbaumwolle etwas weniger Stickstoff enthalten muss.

In rationeller Weise wird in neuerer Zeit die Abfallsäure entweder gesammelt und ihr Gehalt so genau bestimmt, dass sie durch einen entsprechenden Zusatz, jedoch in anderen Mischungsverhältnissen, wieder auf den ursprünglichen Gehalt gebracht werden kann, oder dass man aus verschiedenen Nitriroperationen durch die Erfahrung den Durchschnittsgehalt der Abfallsäure nach dem Nitriren sich verschafft und ein Zusatzgemisch bereitet, welches, in gleichen Mengen zugefügt, den ursprünglichen Gehalt wieder herstellt. Versuche des Verfassers im Vereine mit Abelli haben die allgemeine Gültigkeit dieser Regel gezeigt und veranlassten dieselben, diese Art der Wiederbelebung zuerst im Jahre 1886 im grossen Maassstabe einzuführen.

Bestimmte Verhältnisse für diese neue Mischsäure lassen sich nicht geben, da sie stets von der ursprünglichen Zusammensetzung der Säuren, von der Art der Baumwolle und anderen Verhältnissen abhängt. Bei dem englischen Verfahren, wo eine so vielfache Menge von Säure vorhanden ist, kann die in den Töpfen befindliche Säure unbegrenzt weiter verwendet werden. Bei den anderen Verfahren scheiden sich feine

Schiessbaumwolltheilchen ab, welche die Säure dick und trübe machen und das Eindringen des Säuregemisches in weiter einzutragende Baumwolle nicht sicher stellen. Auch scheiden sich durch den fortwährenden Contact der Säure mit den metallenen Gefässen Salze ab, welche die Qualität der Schiessbaumwolle beeinträchtigen könnten. Es ist deshalb vortheilhafter, die Abfallsäure nach einer durch die Erfahrung zu bestimmenden Anzahl von Operationen gänzlich zu entfernen. Wo dies nicht angeht, verwendet man manchmal Filter aus feinem Quarzsande, welche die suspendirten Schiessbaumwolltheilchen zurückhalten und genügend klare Säure zu weiterer Verwendung liefern.

Auswaschen. Nach erfolgtem Ausschleudern muss die Schiessbaumwolle sobald als möglich aus den Centrifugen entfernt werden. Schon während des Ausschleuderns kommen manchmal Brände der Centrifugen vor. A. Dupré hat dieserhalb Versuche angestellt und gefunden, dass das zufällige Aufspritzen von Wasser oder Oel pflanzlichen Ursprunges fast unmittelbar eine Zersetzung hervorruft, und er war geneigt, die meisten solcher Brände auf derlei zufällige Verunreinigungen zurückzuführen. Der Verfasser neigt jedoch der Ansicht zu, dass die Brände von Säurecentrifugen hauptsächlich durch Zersetzung in Folge von Temperaturerhöhung stattfinden. Er hat durch Versuche gefunden, dass Abfallsäuren bei einer 50° übersteigenden Temperatur, besonders wenn lebhaft umgerührt und mit der Luft in Berührung stehend, sich rasch zersetzen, und wenn an einem warmen Sommertage, wo die Aussentemperatur 30° beträgt, die Baumwolle in der Centrifuge heftig angepresst, die Säure aber herumgeschleudert wird, so wird der Centrifugeninhalt leicht auf die kritische Temperatur gebracht werden, wo die geringste Veranlassung Gelegenheit zur Zersetzung geben kann. Eben so gross ist die Gefahr einer Zersetzung beim Herausnehmen der Baumwolle. Dies geschieht gewöhnlich, indem dieselbe mit Scheerenzangen oder Gabeln durch eine Oeffnung in der Mauer in ein in einem anderen Raume befindliches Waschgefäss gebracht wird. In den meisten Fällen sind diese Waschgefässe lange, hölzerne Bottiche nach Art der Holländer, welche in der Mitte durch eine Zwischenwand aus Holz abgetheilt sind, während ein Schaufelrad das darin befindliche Wasser in Bewegung erhält. Seltener findet man eine lange Rinne, in welche ein dicker Wasserstrahl eingeführt wird, der die eingebrachte Schiessbaumwolle zugleich mit Wasser überschwemmt und sie nach dem Bottiche bringt. Wird die Schiessbaumwolle auf diese Weise von den Centrifugen herausgenommen, so kann sie im Contacte mit der feuchten Luft oder durch das Aufspritzen von Wasser aus der Waschmaschine in Brand gerathen, und man zieht deshalb vor, sie vorher auf eine mit Bleiblech überzogene Rinne zu geben, von wo sie der Arbeiter mit einem hölzernen Rechen in den Bottich herabzieht. Falls dann auf der Rinne ein localer Brand ein-

tritt, so ist damit noch kein bedeutender Schaden verursacht und die Wolle kann rasch unter Wasser gebracht werden.

In die Waschmaschine lässt man gewöhnlich fortwährend Wasser zufliessen und behandelt darin die Schiessbaumwolle so lange, bis sie nicht mehr sauer schmeckt. Der Abfluss des Wassers erfolgt durch eine Sieböffnung an der Seite, und häufig legt man einen Korb aus Weidengeflecht vor, um zu verhüten, dass fortgetragene Flocken von Schiessbaumwolle in die Abwässer gebracht werden.

Wo man rasch arbeiten muss, wird die Schiessbaumwolle bald nach dem vorläufigen Auswaschen in eine zweite Waschmaschine gebracht, worin man eine grössere Menge so lange mit stets zufliessendem Wasser behandelt, bis sie Lackmuspapier nicht mehr röthet. Die gewaschene Baumwolle wird entweder auf gewöhnlichen Centrifugen möglichst vom Wasser befreit oder man lässt die Waschmaschine einfach leer laufen und bringt die nasse Baumwolle in Weidenkörben in die Kochgefässe.

Kochen der Schiessbaumwolle. Obzwar die aus den Waschmaschinen kommende Schiessbaumwolle Lackmuspapier nicht mehr röthet, enthält sie doch in ihren röhrenförmigen Zellen ziemlich bedeutende Mengen von Säure aufgespeichert, welche beim späteren Zerkleinern der Schiessbaumwolle wieder zu Tage gelangen und ihre Beständigkeit beeinträchtigen würden. Um diese Säurespuren zum grösseren Theile zu entfernen, wird deshalb die Schiessbaumwolle einem Kochprocesse unterworfen.

In englischen Fabriken erfolgt das Kochen ausschliesslich mit heissem Wasser, weil man der Ansicht ist, dass die Verwendung von Alkalien die Schiessbaumwolle zum Theile zerstört und ein geringeres Ergebniss verursacht. In den meisten anderen Fabriken jedoch zieht man es vor, eine schwache, etwa 2procentige, Sodalösung zu verwenden. Dies hat den Vortheil rascheren Arbeitens. In französischen und belgischen Fabriken verwendet man Ammonium-Carbonat, welches noch energischer einwirkt. Die Anzahl der Waschungen wechselt fast in jeder Fabrik. In Moulin-Blanc z. B. wird die Schiessbaumwolle nach dem Nitriren einmal mit reinem Wasser, dann fünfmal mit 28 g Ammonium-Carbonat pro Liter enthaltendem Wasser und dann noch zweimal mit reinem Wasser gekocht. In den meisten Fabriken begnügt man sich aber mit einer einmaligen Kochung mit Sodalösung, der eine zwei- bis dreimalige Waschung mit reinem, kochendem Wasser nachfolgt.

Das Kochen erfolgt in grossen hölzernen Bottichen, welche oft mehrere Tausend Kilogramm Baumwolle fassen. Dieselben haben hölzerne, aus Latten hergestellte und durchlöcherte Böden. Der Bottich wird mit Schiessbaumwolle und Wasser gefüllt, und zwischen die beiden Böden Dampf einströmen gelassen. Das Kochen dauert, je nach dem Inhalte, von sechs Stunden bis drei Tage lang.

Häufig wird in neuerer Zeit die Schiessbaumwolle nach dem Kochen noch gedämpft. Dies geschieht in einem Bottiche mit falschem Boden, nur wird die Schiessbaumwolle ohne Wasser eingetragen und Dampf zwischen die beiden Böden einströmen gelassen. Durch dieses Dämpfen soll ein viel rascheres Entfernen der Säure stattfinden. Die Erfahrung hat gezeigt, dass durch fortgesetztes Kochen die Schiessbaumwolle an Stickstoffgehalt verliert, und es ist deshalb Vorsicht geboten. Es wird für das Dämpfen der Vortheil in Anspruch genommen, dass der Stickstoffgehalt sich kaum vermindert.

Zerkleinern der Schiessbaumwolle. Trotz aller vorhergehenden Behandlung ist die gesammte Säure aus der Schiessbaumwolle in diesem Stadium noch nicht entfernt. Es ist das Verdienst Sir Frederick Abel's, darauf hingewiesen zu haben, dass nur die gründliche Reinigung der Schiessbaumwolle eine vollständige Stabilität gewährleistet, und dass eine solche Reinigung nur erfolgen kann, wenn die Schiessbaumwolle gründlich zerkleinert und ausgewaschen wird. Abel hat hierfür das von Tonkin zuerst angegebene Zerkleinern in Holländern verwendet, und diese Art der Reinigung ist bis zum heutigen Tage in sämmtlichen Fabriken eingeführt.

In Fig. 23 ist ein derartiger Holländer abgebildet, welcher so ziemlich die beste Form für derlei Apparate darstellt. Wie ersichtlich, besteht derselbe aus einem flachen, gusseisernen Troge A, welcher durch eine Zwischenwand B in zwei etwas ungleiche Hälften getheilt wird. In der kleineren Hälfte befindet sich der in der Zeichnung nicht ersichtliche Kropf; der Boden dieser Abtheilung steigt nämlich in einem Winkel von 15° an bis zu einem Punkte unterhalb der Walzenaxe, von da beschreibt er einen mit der Walze D concentrischen Kreis und fällt dann unter einem Winkel von 45° plötzlich ab. An den Wandungen des Troges sind Lager d angebracht, in welchen eine Welle d_1, die durch die Messerwalze D hindurchgeht, sich dreht. Diese Lager sind, wie aus der Zeichnung deutlich ersichtlich, in Lagerböcken aufgehängt und können durch die gemeinsame Zahnradwelle G, die mit dem Stellrade H verbunden ist, gehoben oder gesenkt werden. In dem Kropfe befindet sich unterhalb der Wellenaxe das Grundwerk F, welches aus einer Anzahl die Troghälfte ausfüllender Stahlmesser besteht, die nach dem Radius der Messerwalze zugeschliffen sind. Sie können nach Entfernen der oberen Holzpflöcke an dem in der Zeichnung ersichtlichen Auge herausgezogen werden. Die Messerwalze D ist aus Gusseisen hohl gegossen und hat an ihrem Umfange eine Reihe von Messern, gewöhnlich zu dreien, neben einander eingesetzt, während die Zwischenräume durch Holzkeile ausgefüllt sind. Die Messer werden durch einen an der Stirnseite der Walze angebrachten Ring in ihrer Lage gehalten.

Durch das Rotiren der Messerwalze über dem Grundwerke wird

die Schiessbaumwolle mit dem Wasser in kreisende Bewegung versetzt, wandert an dem Kropfe hinauf und wird in den kleinen Zwischenraum zwischen Messerwalze und Grundwerk gebracht, wo sie theils durch eine schneidende, theils durch eine zermalmende Wirkung zer-

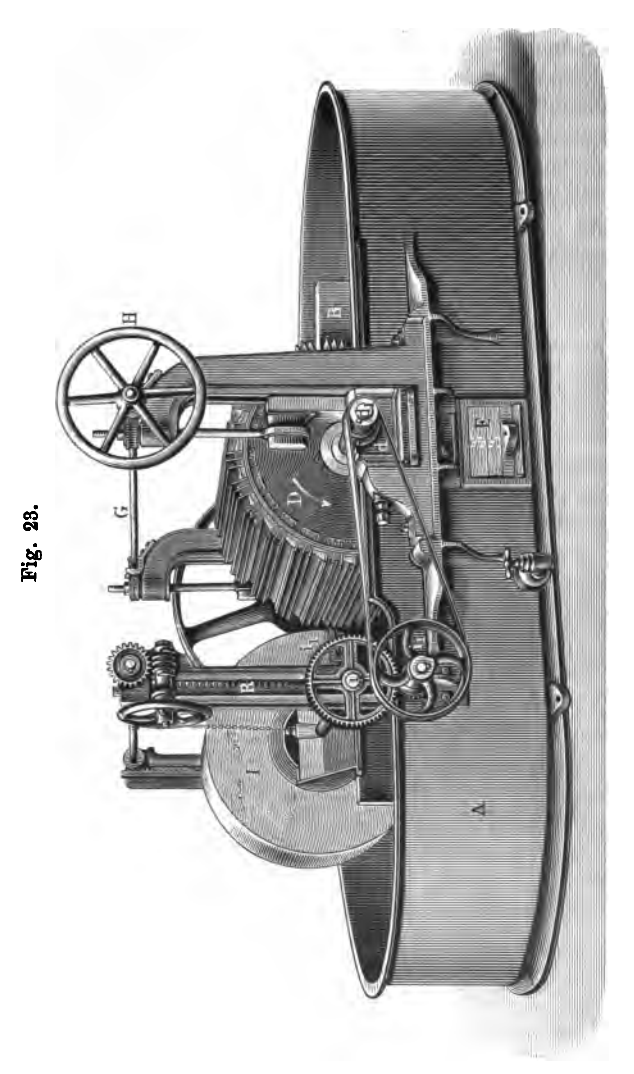


Fig. 23.

kleinert wird. Mit dem allmäligen Fortschreiten der Zerkleinerung wird die Messerwalze weiter herabgelassen, bis schliesslich die Messer der Walze die des Grundwerkes berühren.

In sehr vielen Fabriken begnügt man sich, die Holländer bloss mit einer Messerwalze zu versehen; in neueren Fabriken jedoch ver-

sieht man sie noch mit einer Waschtrommel *I*. Es ist nämlich für die Reinigung vortheilhafter, das Wasser fortwährend zu erneuern. Um zu verhindern, dass zugleich feine Schiesswolletheilchen mitgeführt werden, dient die Waschtrommel. Dieselbe besteht aus hölzernen Stirnenden, die mit feinem Drahtgewebe verbunden sind. Die Waschtrommel ist in der grösseren Hälfte des Holländers angebracht und dreht sich um eine durch Zahnräder i_1 in Bewegung gesetzte Welle. Diese werden von der Messerwelle durch Riemenübertragung und eine Riemenscheibe i_2 umgetrieben. Die Welle der Waschtrommel befindet sich in Lagern, die in zwei geschlitzten Säulen entlang gleiten und durch eine Zahnstange und Handrad *B* gehoben oder gesenkt werden können.

In der Waschtrommel befinden sich spiralförmig gebogene Schaufeln aus Blech, welche, je nachdem die Waschtrommel höher oder tiefer gesenkt wird, eine grössere oder geringere Menge von Wasser aufnehmen und in eine neben die Axe der Waschtrommel gelegte Rinne entleeren, von wo das Wasser nach aussen in einen Ablaufcanal geführt wird.

Am Boden des Holländers befindet sich ein breites Tellerventil zur Entleerung, was gewöhnlich durch Aufsetzen eines Cylinders aus Drahtgewebe geschieht oder indem man unterhalb des Holländers einen Korb anbringt. In neuerer Zeit geschieht es immer häufiger, dass der Inhalt des Holländers ausgepumpt wird und zu diesem Zwecke sind die Holländer manchmal am Boden direct mit einer Centrifugalpumpe in Verbindung, die den Inhalt sodann in die Vorrathsbottiche bringt.

Die gegenwärtig übliche Construction der Holländer ist nicht ganz einwandfrei, insbesondere staut sich die Masse an einzelnen Stellen, wodurch der sogenannte Zug der Maschine beeinträchtigt wird. In dem oben abgebildeten, von der Firma Bertrams limited in Sciennes bei Edinburgh gebauten Holländer ist deshalb der Trogboden halbkreisförmig hergestellt. Friedr. Krupp, Grusonwerk in Buckau-Magdeburg, macht dagegen die Seitenwände an einzelnen Stellen enger oder weiter, was gleichfalls theilweise Erfolg hat. In neuester Zeit hat man Versuche mit Holländern angestellt, welche horizontal abgetheilt sind, und deren Messerwalzen die Pülpe nach abwärts befördern, um sie dann entweder durch den Zug, oder durch eine Pumpe wieder in die Höhe zu befördern; die Versuche sind noch nicht genügend zufriedenstellend ausgefallen.

Holländer fassen etwa 200 kg Schiessbaumwolle nebst der entsprechenden Menge Wasser.

Beim Einbringen der Schiessbaumwolle muss man trachten, dass Nägel, Scherben u. s. w. nicht mit hineingelangen, weil dies die Messer schartig machen würde. Da dies jedoch nie ganz zu vermeiden ist, so sieht man einen „Sandfang“ vor, nämlich eine Vertiefung im Boden,

über welche ein Sieb gelegt ist, durch dessen Löcher derlei schwerere Theile hindurchfallen.

Das Pülpen dauert, je nach dem gewünschten Feinheitsgrade, von vier bis acht Stunden. Die erzielte Feinheit wird meist empirisch bestimmt. In England nimmt man eine grosse Schöpfkelle voll Pülpe und giesst Wasser auf. Das überstehende Wasser wird abgegossen, neues Wasser hinzugegeben und dies so lange fortgesetzt, bis in der Kelle entweder ein unschwemmbarer Rückstand bleibt, was auf ungenügende Pülpung schliessen lässt, oder nichts zurückbleibt, was die erreichte Feinheit kundgiebt.

Wenn das Pülpen nicht weit genug getrieben wird, so lässt sich die Schiessbaumwolle nicht in die erforderliche Dichte pressen; wird es dagegen zu weit getrieben, so leidet die Schiessbaumwolle an Qualität und das Pressen hat vielfach Schwierigkeiten.

In neuerer Zeit wird immer mehr das Pülpen mit warmem Wasser vorgenommen und zu diesem Zwecke das vom Verfasser wohl zum ersten Male angewendete Einführen von directem Dampfe benutzt, wobei das Wasser möglichst nahe dem Siedepunkte gehalten wird. Hierdurch erspart man langes vorheriges Kochen und erzielt viel günstigeres Auswaschen, in dem Augenblicke, wo es am nöthigsten ist, nämlich während der Zerkleinerung.

Häufig verlangt man, dass die fertige Schiessbaumwolle einen bestimmten Procentsatz von kohlensaurem Kalke enthalte, um derselben für die Aufbewahrung grössere Stabilität zu geben. In diesem Falle giebt man den kohlensauren Kalk nach erfolgter Pülpung im Holländer zu. Wenn man jedoch einen genau bestimmten Gehalt an kohlensaurem Kalke in gepressten Körpern sichern will, so ist es zweckmässiger, denselben vor dem Pressen zuzugeben.

Sollte trotz aller Sorgfalt die Schiessbaumwolle die später zu erwähnende Wärmeprobe nicht bestehen, so kocht man sie nochmals in einem hölzernen, mit Blei verkleideten Bottiche unter Einleiten von Dampf.

Die aus dem Holländer kommende Schiessbaumwolle wird in Centrifugen vom Wasser befreit. Dies sind Centrifugen der gewöhnlichen Art, deren Körbe mit feinem Drahtgewebe überzogen sind. Will man ganz sicher gehen, so giebt man Flanelltücher um den Korb. In Moulin-Blanc giebt man die Pülpe in Gruben, deren Böden mit durchlochten Ziegelsteinen und diese mit Leinwand bedeckt sind. Nachdem hier der grösste Theil des Wassers abgetropft ist, schleudert man die Schiessbaumwolle aus. Um die trotz aller Vorsicht aus den Holländern und Centrifugen mit dem Wasser abgeführten kleinen Mengen von Schiessbaumwollfasern zurückzuhalten, legt man Klärbassins an.

Sehr vortheilhaft ist es auch, die aus dem Holländer kommende Schiessbaumwolle, bevor sie in die Centrifugen einläuft, durch Absetzkasten gehen zu lassen, welche durch Leinwand- oder Flanellwände in

mehrere Abtheilungen getheilt sind. Hierdurch werden alle kleinen Verunreinigungen, besonders aber Nägel, Eisenstücke, Topfscherben und dergleichen, zurückgehalten, was für die spätere Bearbeitung von grosser Wichtigkeit ist.

Die aus den Centrifugen kommende Schiessbaumwolle enthält zwischen 25 und 30 Proc. Wasser. Sie wird in mit Zinkblech ausgeschlagenen, dichten Kisten aufbewahrt und von Zeit zu Zeit auf ihren Feuchtigkeitsgehalt geprüft.

Will man die lose Schiessbaumwolle als solche verwenden, so bringt man sie in mit Zinkblech oder mit dichtem Papier ausgeschlagene Kisten und drückt sie mit Hülfe von Schraubenpressen ein, um möglichst grosses Gewicht im gegebenen Raume zu erzielen. Die Kisten werden durch eine Platte von Zinkblech geschlossen, die mit einem leicht schmelzbaren Lothe verlöthet wird.

Der Verkauf der Schiessbaumwolle erfolgt nach Trockengewicht, und wird zu diesem Zwecke in der üblichen Weise ein Durchschnittsmuster gezogen.

Gepresste Schiessbaumwolle. Für militärische Zwecke wird die Schiessbaumwolle fast ausschliesslich im gepressten Zustande, das heisst unter hohem Drucke zu regelmässigen Körpern geformt, verwendet.

Hierdurch erreicht man höheres specifisches Gewicht, regelmässigeres Fortpflanzen der Explosion innerhalb der Ladung, gesteigerte Wirkung im gegebenen Raume, sowie leichtere Handhabung.

Die gepressten Körper haben verschiedene Gestalt. Für Ingenieurtruppen sind es parallelepipedische Körper, gewöhnlich in Theilen eines Kilogrammes von Gewicht, die häufig ein Loch ausgebohrt haben zur Einführung des Zündhütchens. Sehr häufig aber auch, wenn nämlich die Schiessbaumwolle im feuchten Zustande zur Verwendung gelangen soll, haben diese Patronen ein grösseres Loch von etwa 25 mm Durchmesser ausgebohrt, in das eine Zündpatrone aus trockener Schiessbaumwolle eingesetzt wird. Für Torpedos, welche einen sehr grossen Umfang haben, werden die Schiesswollkörper in Kreissegmenten zusammengestellt. Auch werden, da die Torpedoladungen in den parabolisch-conischen Kopf des Torpedos kommen, dieselben von abnehmendem Durchmesser hergestellt, wovon später die Rede sein wird.

Nachdem man sich versichert hat, dass die gesammte zur Verwendung gelangende Menge von Schiessbaumwolle von gleichmässiger Qualität ist, wird dieselbe in warmem Wasser suspendirt erhalten. Schiessbaumwolle, welche mit kaltem Wasser behandelt wird, lässt sich nicht zu so hoher Dichte zusammenpressen, wie solche mit warmem Wasser.

In vielen Fabriken hat man einen Pülpebottich, nämlich ein kreisförmiges, eisernes Gefäss, in welchem eine eiserne Welle mit Armen

rotirt, die die Pülpe in fortwährender Bewegung erhält, so dass der gesammte Inhalt des Kastens zu jeder Zeit ungefähr die gleiche Menge Wasser und Schiessbaumwolle enthält. Von diesem Bottiche zweigen kleine Messgefässe mit Wasserstandszeiger ab, in welche man eine beliebige Menge von Schiessbaumwolle abzieht und von da in die Formen ablaufen lässt. Wo es sich jedoch, wie z. B. bei Torpedofüllungen, darum handelt, dass jeder Körper eine genau gleich grosse Menge von Schiessbaumwolle enthalte, lässt sich durch Abmessen des Breies eine genügende Genauigkeit nicht erzielen. Man zieht es deshalb vor, die centrifugirte Schiessbaumwolle in einem Kasten aufzubewahren, ihren Wassergehalt zu bestimmen und eine mit Rücksicht auf den Wassergehalt bestimmte Menge für jeden einzelnen Körper abzuwiegen. Indem man dann das gewogene Quantum in einem kleinen Eimer mit Wasser versetzt und mit einem Stäbchen umrührt, kann man einen zum Pressen geeigneten Brei in die Form bringen. Bei einiger Uebung der Arbeiter geht diese Art der Vorbereitung des Breies eben so rasch von statten wie das Abmessen.

Das Pressen erfolgt auf hydraulischen Pressen unter grossem Drucke. Je nach Construction der Presse ist es nothwendig, die Körper vorzupressen, d. h. Körper herzustellen, welche ein wenig erhöhtes specifisches Gewicht haben und nur genügende Festigkeit besitzen, um dann in die eigentliche Presse gebracht zu werden, so dass man in letzterer mit geringeren Mengen von Wasser zu thun hat. Bei anderen Arten von Pressen ist dies nicht nothwendig und erfolgen sämmtliche Operationen in der Pressform selbst.

Zum Vorpressen bedient man sich einer Handpresse oder kleinerer hydraulischer Pressen. Handpressen sind meist Röhren aus Zink- oder Messingblech, die nach oben sich zu einem Trichter erweitern, und am Boden durch eine bewegliche Unterlage abgeschlossen werden. Ein an der Wand befestigter Hebel trägt einen hölzernen Kolben, welcher auf den eingefüllten Schiesswollbrei drückt und so demselben die Form giebt.

In anderen Fabriken hat man eine kleine hydraulische Presse und lässt den Brei zuerst auf einen mit Drahtgewebe überzogenen Kasten laufen, der mit einer Luftpumpe in Verbindung ist. Diese saugt das Wasser in dem Maasse ab, als der Brei einfliesst. Hierauf führt man den Kasten unter die Presse, in welcher eine Anzahl von Stempeln mit einem Drucke von $2^1/_2$ Atmosphären die Körper formt und schliesslich herausdrückt.

In anderen Fabriken giebt man die Pressform auf eine besondere Absaugevorrichtung, legt oben einen sogenannten Stein, nämlich eine fein durchlöcherte Stahlplatte, auf und drückt denselben mit einem Hebel in die Wolle ein.

Am zweckmässigsten ist wohl der vom Verfasser angegebene Vorgang, bei welchem das Vorpressen und Nachpressen in derselben Form

stattfindet, so dass es überflüssig ist, die Körper aus den ersten Formen herauszunehmen und in die zweiten Formen unter vieler Mühe einzuschieben, wobei sie beschädigt werden können, und sich immer etwas ausdehnen, so dass die zweiten Formen ein Weniges weiter sein müssen.

Das eigentliche, oder sogenannte Nachpressen erfordert Drucke von 500 bis zu 1000 Atmosphären. Da der Druck mit dem Quadrate der Höhe des zu pressenden Körpers wächst, und ausserdem je nach der Form und Grösse des Körpers bedeutende Reibung an den Wänden stattfindet, so ist es, um gleichmässige Pressung innerhalb des ganzen Körpers zu erzielen, nicht gerathen, die einzelnen Körper höher als 50 mm zu machen. Man zieht es lieber vor, grössere Körper durch Uebereinanderlegen aufzubauen.

In den meisten Fabriken wird der vorgepresste Körper in eine Form gegeben, welche oben und unten einen sogenannten Stein enthält. Die so zugerichtete Form kommt auf den Presskolben und ein an einer Säule der Presse drehbar befestigter Stempel wird über die Form gebracht. Beim Anheben drückt der Presskolben die Form gegen das Haupt an, oder es wird die Form auf einen drehbaren Arm gebracht, und ein Unterstempel presst den Körper gegen den glatten Holm der Presse.

Verfasser hat in einer von ihm gebauten Schiessbaumwollfabrik eine besondere Art der Erzeugung gepresster Schiessbaumwolle zuerst eingeführt. Dieselbe zeichnet sich vor Allem dadurch aus, dass der Schiessbaumwollbrei in die Form eingefüllt wird und dieselbe nicht früher verlässt, als bis der fertige Schiesswollkörper herausgedrückt wird. Hierdurch ist das lästige Herausschieben und Einstecken der vorgepressten Körper, das Abbröckeln von Schiessbaumwolle sowie die Anschaffung von zweierlei Formen vermieden, auch wird bedeutend an Zeit gespart.

In Fig. 24 ist die Presse nebst Absaugevorrichtung abgebildet. Die Schiessbaumwolle wird unter Berücksichtigung des Feuchtigkeitsgehaltes für jede Form besonders abgewogen, in einem kupfernen Gefässe mit warmem Wasser aufgerührt und in die Form gegossen, welche auf einem Absaugetische steht. Die Absaugevorrichtung besteht aus einer Anzahl von runden Gefässen aus Gusseisen *a*, welche durch einen angegossenen Stutzen und Hahn mit einer Rohrleitung *b* in Verbindung stehen, die nach dem mit der Vacuumpumpe *A* verbundenen Wasserfange *B* führt. Auf dieses Gefäss *a* ist die Platte aus Bronze *c* aufgeschraubt, welche nach Art eines Steines eine Erhöhung von genau der Form des zu pressenden Körpers besitzt. Diese Erhöhung oder Stein ist mit einer Anzahl concentrisch angeordneter Löcher versehen und mit einem feinen Drahtgewebe bespannt, das durch Schrauben befestigt ist. Man legt auf die Bronzeplatte einen Guttaperchaaring, stellt die Stahlform *d* auf die Erhöhung derselben und hat somit durch das Eigengewicht der Form eine vollkommen entsprechende Dichtung

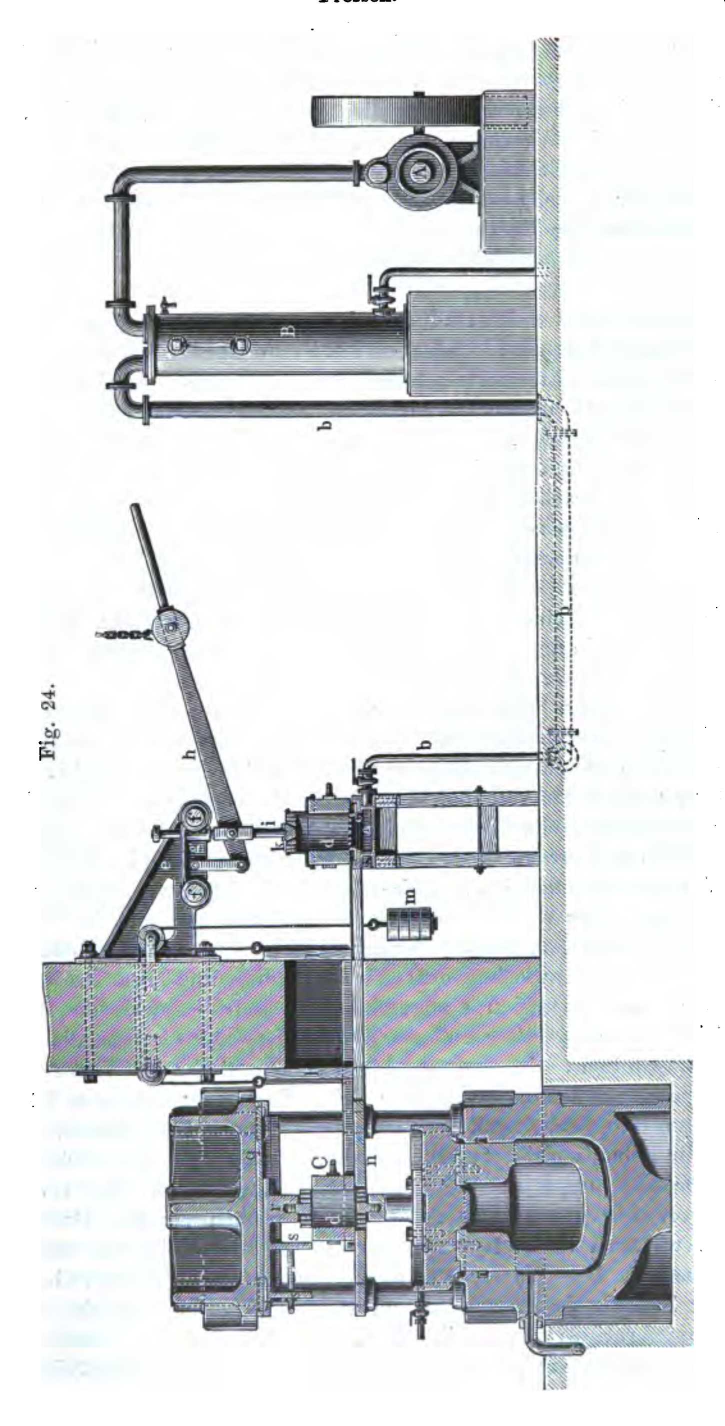


Fig. 24.

mit der Platte hergestellt. Wenn nun der Schiessbaumwollbrei eingegossen ist, so wird das Wasser continuirlich abgesaugt und der Brei setzt sich zu einer ziemlich dichten Masse in der Form fest. Da jedoch auch beim Absaugen der atmosphärische Druck durch die ganze in der Form befindliche, ziemlich weiche Masse zu gehen hat, so würde dieselbe nur ungleichmässig gepresst werden. Um dem abzuhelfen, hat Verfasser eine Vorrichtung angebracht, welche während des Absaugens zu gleicher Zeit eine mechanische Pressung von oben her vollführt.

Zu diesem Zwecke sind an der Wand des Raumes zwei starke Tragstützen *e* befestigt, in welchen zwei schmiedeeiserne Wellen *ff* angebracht sind. Ein mit entsprechender Bohrung versehenes Querhaupt *g* ist auf diesen Wellen leicht verschiebbar und trägt einen langen Presshebel *h* mit Gewicht, an dessen kürzerem Ende ein verticaler Stempel *i* angebracht ist. Der Hebel kann durch einen an dem Gewichte angebrachten Haken an einer Kette aufgehängt werden, wenn er nicht benutzt wird. In die Pressform legt man sodann einen Stein aus Bronze *k*, an welchem oben ein Knopf angebracht ist.

Der Stempel der Handpresse befindet sich stets in derselben Linie mit den Steinen. Man braucht ihn deshalb nur über die Form zu stellen und kann sofort durch Herunterziehen des Hebels einen beliebig zu steigernden Druck ausübe

Durch diesen Vorgang ist schon ein grosser Theil des Wassers aus den Körpern entfernt und diese fest geworden, so dass ein Herausfallen von loser Schiessbaumwolle nicht mehr zu befürchten ist. Man hebt nun die Form von dem Saugtische ab (was wegen der geringen Höhe des Steines ohne Schwierigkeit geschieht) und schiebt sie längs eines kleinen Vorraumes und durch ein Fenster in die Nachpresse. Der Vorraum befindet sich in gleicher Höhe mit den Saugtischen, so dass ein Schlagen oder Werfen der Formen vermieden ist; auch ist derselbe mit Blech überzogen, um die Formen leichter laufen zu machen.

Das Fenster zwischen dem Absaugeraume und dem Pressraume ist durch starke Bohlen *l* abgeschlossen, welche durch ein Gegengewicht *m* rasch gehoben und gesenkt werden können. Um die Arbeit zu beschleunigen, sind gewöhnlich vier Saugtische in Verwendung. Falls die zu pressenden Körper nur kleine Oberflächen haben, so können auf einem Saugtische auch drei und mehr Formen Platz finden.

Wir haben vorhin erwähnt, dass zwischen den Saugevorrichtungen und der Luftpumpe ein Wasserfang eingeschaltet ist. Das von den Saugevorrichtungen kommende Wasser tritt oben ein und läuft nach unten, während die Luftpumpe von einem anderen Stutzen von oben her absaugt. Das Wasser aus dem Wasserfange muss entweder von Zeit zu Zeit abgelassen werden, zu welchem Zwecke man ein auf der Höhe angebrachtes Luftventil öffnet, oder, wo dies die Localverhältnisse gestatten, führt man das Abflussrohr an den Boden eines Schachtes

von etwa 15 m Tiefe oder einen Bergabhang hinab. In diesem Falle entleert sich das Wassergefäss von selbst. In beiden Fällen muss dafür Vorsorge getroffen werden, dass das austretende Wasser von den gewöhnlich darin enthaltenen, fein suspendirten Theilchen Schiessbaumwolle in Klärbassins oder Filtrirvorrichtungen befreit werde.

Das eigentliche Pressen findet sodann in der vom Verfasser construirten hydraulischen Presse *C* statt. Bei derselben sind die so gefährlichen Steine weggelassen und die Pressung erfolgt ausschliesslich durch Stempel, und zwar sowohl Oberstempel wie Unterstempel. Zwischen den vier Säulen der Presse, durch angeschmiedete Wülste begrenzt, ist eine Pressplatte *n* geführt, welche für grössere Körper in der Mitte, für kleinere an geeigneten Stellen solche Oeffnungen hat, dass eine möglichst grosse Anzahl verschiedener Stempel durch dieselbe hindurchgehen und dennoch die Form sicher darauf ruhen kann. An der Seite dieser Oeffnungen sind Winkelschienen befestigt, in welchen die Form läuft, und diese hat zu diesem Zwecke an zwei abgeflachten Seiten zwei Leisten angeschraubt. An ihrem rückwärtigen Ende wird die Form ferner durch ein aufgeschraubtes Begrenzungsstück *o* genau in die richtige Stellung gebracht. Die Unterstempel *p* sind an dem Tische des Presskolbens angeschraubt, und bis auf den obersten, eigentlich formgebenden Theil, aus Hartguss hergestellt. Auf den Holm ist ferner eine Platte aus Gusseisen *q* aufgeschraubt, an welche zwei Winkelschienen angegossen sind. In diesen laufen die Oberstempel *r* und die Andrückwerkzeuge *s*, welche gewöhnlich aus zwei Eisenplatten bestehen, die mit einem Querhaupte verbunden sind. Die Ausdrückwerkzeuge wie die Stempel werden beiderseitig durch Anschlagleisten in ihrem Laufe begrenzt, und die Anordnung ist so getroffen, dass, wenn das Ausdrückwerkzeug nach rechts anschlägt, der Stempel genau über der Form ist; schlägt aber der Stempel links an, so ist die Ausdrückvorrichtung in richtiger Stellung über der Form. Die Oberstempel sind in solcher Höhe angebracht, dass zwischen ihnen und der Form nur etwa $^1/_2$ mm Spielraum vorhanden ist. Dies gestattet noch immer ein freies Verschieben von Stempel und Ausdrückvorrichtung, hat aber den Vortheil, dass die Form nach oben gegen austretende Partikelchen von Schiessbaumwolle vollkommen abgeschlossen ist, jedoch Luft durchlässt. Wenn nun der Presskolben durch Einleiten von Druckwasser gehoben wird, so presst er zuerst die Schiessbaumwollmasse gegen den Oberstempel so lange, bis die Reibung an den Formwänden genügend ist, um die Form selbst und mit ihr den Presstisch zu heben. Von diesem Augenblicke an hat die Form das fortwährende Bestreben, durch ihr Eigengewicht herabzufallen, wird aber durch den anwachsenden Druck immer wieder gehoben und befindet sich deshalb in einem steten oscillirenden Zustande. Die Folge davon ist, dass abwechselnd auch der Oberstempel, trotzdem er unverrückbar sich in Ruhe befindet, doch selbst Druck

ausübt, und sonach der Schiessbaumwollkörper von beiden Seiten zugleich Pressung erfährt. Hierdurch ist der grosse Vortheil erreicht, dass, um dem Schiessbaumwollkörper eine gewisse Dichtigkeit zu geben, ein viel geringerer Druck, etwa nur die Hälfte des sonst üblichen, gegeben werden muss, und dass die am wenigsten gepresste Schichte sich in der Mitte des Körpers befindet, was mit dem freien Auge ohne Weiteres an dem fertigen Körper gesehen werden kann. Sobald die Pressung beendigt ist, lässt man den Presskolben so lange herabgehen, bis die Form mit dem Presstische auf ihren ursprünglichen Platz zurückgekehrt ist. Sodann schiebt man den Oberstempel zur Seite, giebt die Ausdrückvorrichtung über die Form und lässt nun den Presskolben abermals in die Höhe gehen, um den Körper herauszudrücken. Das aus der Schiessbaumwolle abgepresste Wasser fliesst durch einen an dem Rande des Kolbens angebrachten Hahn stetig ab.

Wenn mehrere Körper zugleich gepresst werden, so sind die Formen in besonderen Gleitstücken mit solchem Spielraume angebracht, dass jede von der anderen vollständig unabhängig ist und eine Ungleichheit in der Füllung keinen Einfluss auf den ausgeübten Druck hat, vielmehr jede einen der Anzahl der Formen und ihrer Oberfläche und dem Gesammtdrucke der Presse entsprechenden Bruchtheil des Druckes erhält. Da ferner sowohl die Formen wie die Stempel stets in derselben Stellung sich befinden, ist ein Ecken oder eine übermässige Reibung selbst dann nicht zu befürchten, wenn die Formen und Stempel abgenutzt sind. Die Presse ist sonach vollständig gefahrlos zu handhaben und Explosionen sind in der That damit nicht vorgekommen. Um dennoch den Arbeitern entsprechenden Schutz für den Fall einer Explosion durch entstehende Brüche oder Anwesenheit fremder Bestandtheile in der Schiessbaumwolle zu gewähren, ist die Presse von den Einlassventilen durch eine Wand abgeschlossen, welche aus 50 mm starken Bohlen in zwei Lagen und Zwischenfüllung von Koksgrus hergestellt ist. Ein in die Wand eingelassenes Rohr von etwa 30 mm Durchmesser gestattet dem Arbeiter, bequem den ganzen Vorgang bei der Pressung zu beobachten. Damit die Formen zur Presse genau in die Schienen einlaufen, sind die letzteren gegen das Fenster hin verlängert und zu einem Kreissegmente ausgebogen.

Mit dieser Presse ist es möglich, Körper von etwa 200 ccm^2 Oberfläche bei cylindrischer Form mit einem Drucke von 500 kg pro Quadratcentimeter auf eine Dichte von 1,2 bis 1,3 zu pressen. Wenn man mit zwei Accumulatoren von verschiedener Belastung presst, so lässt man am besten den kleinen Druck so lange einwirken, bis alles Wasser aus den Körpern entfernt ist, was etwa eine halbe Minute lang dauert. Hierdurch wird auch die Elasticität der Schiessbaumwollfasern aufgehoben. Den grossen Druck lässt man dann eine weitere halbe Minute einwirken. In England presst man mit bloss einem Drucke $1^1/_2$ Minuten

lang. Zur Controle bedient man sich am besten genau gestellter Sanduhren.

Selbstverständlich ist es nothwendig, dass die Dichtungen des Kolbens und der Röhren stets vollkommen seien. Man nimmt darauf schon bei der Construction der Pressen Rücksicht, indem man den Presskolben so gross wählt, dass die Pressen höchstens auf 100 Atmosphären beansprucht sind.

Manchmal zieht man es vor, schwach conische Körper direct durch Pressen herzustellen. In diesem Falle darf man nicht den vollen Druck des Accumulators auf den Stempel einwirken lassen, sondern man presst nach Maass, d. h. man lässt den Stempel nur bis zu einer gewissen Tiefe eindringen, weil sonst der Stein sich in der Form verklemmen würde. Das Maass des Eindringens wird durch einen Zeiger an einer Scala abgelesen, doch ist dieser Vorgang immerhin gefährlich und wird nur höchst selten geübt.

Beim Heraustreten des fertig gepressten Schiessbaumwollkörpers aus der Form verändert sich die Masse desselben um ein Geringes. Die Ausdehnung nach der Richtung des Durchmessers ist eine ganz minimale, dagegen aber in der Höhe in Folge der Elasticität der Schiessbaumwolle je nach dem aufgewendeten Drucke bis zu 1 mm. Körper von unregelmässiger Form zeigen unregelmässige Ausdehnung. Ringausschnitte sind in der Mitte etwas höher, als an ihrem Umfange. Die Schiessbaumwollkörper zeigen weiter an ihren Endflächen kleine punktförmige Erhöhungen, welche den Löchern in den Steinen entsprechen, ferner einen feinen vorstehenden Rand, welcher daher rührt, dass die Stempel niemals ganz genau in die Form passen, was nach erfolgter Abnutzung um so stärker hervortritt, und dass sich zwischen Form und Stempel sonach etwas Schiessbaumwolle durchdrängt. Wo es sich darum handelt, aus einzelnen Körpern grössere herzustellen, entfernt man diese Knötchen und Ränder durch spätere Bearbeitung, weil sich sonst zu viel Luftraum in der Ladung befindet und der Aufbau nicht gleichmässig stattfinden kann.

Die Körper verlassen die Presse durchschnittlich mit 10 Proc. Feuchtigkeit. Falls ein grösserer Gehalt an Feuchtigkeit nothwendig ist, so taucht man die Körper einige Zeit lang in Wasser.

Der zum Pressen erforderliche Druck wird ausschliesslich durch Accumulatoren der Presse zugeführt. Manchmal verwendet man zwei Accumulatoren, von denen der eine eine Art Vorpressung bewirkt und den grössten Theil des Wassers entfernt, zu gleicher Zeit aber dazu dient, so lange der aufzuwendende Druck noch nicht bedeutend ist, den Presskolben und damit die Stempel rasch in die Höhe zu bringen. Ein solcher Accumulator ist gewöhnlich für einen Druck von etwa 500 kg pro Quadratcentimeter eingerichtet; der zweite Accumulator giebt dann den hohen Druck von etwa 1000 Atmosphären, zu welchem nur ein sehr geringes Wasserquantum unter dem Kolben noch nöthig ist. Ein

besonders construirtes Einlassventil gestattet, abwechselnd den niedrigen oder hohen Druck in die Presse einzuführen oder das Wasser aus dem Cylinder zu entfernen.

Das Pressen der Schiessbaumwollkörper erfolgt gewöhnlich in abgeschlossenen Räumen, wobei der Arbeiter entweder durch eine Steinwand, oder durch eine starke hölzerne Wand, oder, wie in Waltham-Abbey, durch einen Vorhang aus doppelten Schiffstauen, vor Explosionen geschützt ist. Die Maximalmenge, welche auf einmal in einer Presse behandelt wird, beträgt etwa 1 kg. Dies entspricht einer zu pressenden Oberfläche von etwa 200 cm² und somit einem in der Presse aufzuwendenden Gesammtdrucke von 200 000 kg.

Je nach dem Zwecke, welchem die gepressten Körper zu dienen haben, werden sie einer weiteren Bearbeitung unterworfen. Bei einzelnen Patronen findet man häufig das Gewicht zu gross. In diesem Falle wird durch Hobeln oder durch Abschaben die Höhe derselben etwas vermindert. Sind die Körper im Umfange etwas zu gross gerathen, so werden sie seitlich abgefeilt.

Die gepressten Körper lassen sich sehr leicht in der Richtung ihrer Pressebene spalten. Um jedoch Zerbrechen oder Deformirung zu verhindern, ist es nothwendig, sie in eine kleine Vorrichtung einzuspannen.

Sollen die Körper in einem Behälter von bestimmter Grösse untergebracht werden und kann man sie nicht von vorn herein der Gestalt des Gefässes entsprechend pressen, so werden sie durch Sägen oder Abdrehen zugerichtet. Das Sägen erfolgt durch Bandsägen, und kann man auf diese Weise selbst conische Körper herstellen, indem man die gepressten Körper auf eine schräge Unterlage bringt und gegen die Säge schräg dreht. Vortheilhafter ist es, conische Ladungen auf einer Drehbank herzustellen, und falls dieselben parabolisch sind, so verwendet man die bei der Holzbearbeitung übliche Drehbank, welche mit Hülfe einer Schablone eine genaue Formgebung gestattet.

Um Löcher bis zu etwa 30 mm Durchmesser in gepressten Körpern herzustellen, bohrt man dieselben am besten aus. Grössere Löcher werden schon in der Presse selbst geformt. Kleinere Löcher bis zu 10 mm Durchmesser werden mit Schneckenbohrern, grössere durch sogenannte Centrumbohrer hergestellt. Um Schiessbaumwolle zu bearbeiten, muss dieselbe mindestens 30 Proc. Feuchtigkeit enthalten, und während der Bearbeitung fortwährend Wasser aufgetröpfelt werden, sonst ist die Gefahr einer Entzündung durch das allmälige Erhitzen des Werkzeuges zu befürchten.

Da die Schiessbaumwolle im trockenen Zustande gegen Schlag sehr empfindlich ist, und insbesondere für militärische Zwecke das Einschlagen von Geschossen zu befürchten ist, so verwendet man meist nasse Schiessbaumwolle. Da jedoch andererseits nasse Schiessbaumwolle nur durch Aufsetzen eines trockenen Körpers zur Explosion gebracht werden kann, so hilft man sich damit, dass man die Schiessbaumwolle

trocknet und paraffinirt, indem man sie in geschmolzenes Paraffin bei einer Temperatur von 80⁰ eintaucht und die Tiefe des Eindringens des Paraffins durch die Zeit regelt, während welcher man den Körper eintaucht. Das Eintauchen geschieht durch mit Drahtgewebe überzogene Holzrahmen. Falls der Körper eine Bohrung zur Aufnahme des Zündhütchens besitzt, so überklebt man diese Stelle mit Papier, damit daselbst das Paraffin nicht eindringe.

Manchmal wünscht man den Wassergehalt im Schiesswollkörper dauernd zu erhalten. Nobel schlug vor, die Schiesswolle mit Glycerin statt mit Wasser zu tränken. Wolff und v. Förster ätherisirten die Schiessbaumwolle zur Herstellung ihres Schiessbaumwollpulvers für Granatenfüllung, indem sie die Schiessbaumwolle in Würfel oder Streifen zerschnitten und kurze Zeit in Essigäther eintauchten, wodurch die Oberfläche des Körpers theilweise gelöst wurde und eine Schicht gelöster Schiessbaumwolle entstand, die nach dem Trocknen hart und undurchlässig wurde.

Nasse Schiessbaumwolle zeigt nach langem Lagern manchmal eigenthümliche Schimmelwucherungen, die eine Folge der Verwendung von organische Bestandtheile enthaltendem Wasser sind. Um sie gegen diese Wucherungen zu schützen, wird die Schiessbaumwolle in Deutschland in eine Sublimatlösung, in England in eine Lösung von 1 Thl. Soda, 2 Thln. Carbolsäure und 160 Thln. Wasser getaucht.

Trocknen von Schiessbaumwolle. Es wurde schon früher erwähnt, dass für militärische Zwecke häufig gepresste Körper in trockenem Zustande gewünscht werden, z. B. Zündpatronen und dergleichen. In einzelnen Fabriken wird das Rohmaterial für die Erzeugung von rauchlosem Pulver in der Form von lose vorgepressten Körpern hergestellt, welche nur soweit gepresst sind, dass sie ihr loses Gefüge nicht verloren haben und leicht zu Pulver verrieben werden können. In den meisten Fällen aber wird es nöthig sein, fein gepülpte Schiessbaumwolle oder Collodiumwolle gänzlich zu trocknen, um sie zur Herstellung von Sprenggelatine oder rauchlosem Pulver verwenden zu können.

Wie gleichfalls früher erwähnt, wird die Schiessbaumwolle mit etwa 30 Proc. Wassergehalt aufbewahrt; man hat also ziemlich bedeutende Mengen von Feuchtigkeit zu entfernen. Andererseits lässt sich Schiessbaumwolle nicht über 70⁰ andauernd erwärmen, ohne eine Zersetzung zu erleiden, und selbst bei 50⁰ wird weniger gut bereitete Schiessbaumwolle schon bedenklich erscheinen. Je höher die Temperatur, desto empfindlicher wird auch die Schiessbaumwolle gegen Schlag und Reibung, und es ist deshalb zur Gewohnheit geworden, Schiessbaumwolle keiner höheren Temperatur als 40⁰ beim Trocknen auszusetzen.

Eine Beschleunigung des Trockenprocesses bei so grossen Feuchtig-

keitsmengen lässt sich nur erzielen, indem man entweder die Luft von vorn herein trocken macht, oder indem man dieselbe fortwährend erneuert. Die alte Art, Explosivstoffe im warmen Zimmer, oft bei ungenügender Ventilation, gewissermaassen dämpfen zu lassen, weicht immer mehr dem rationellen Verfahren, die Temperatur lieber etwas niedriger zu halten, dagegen aber die vorgewärmte Luft durch Ventilatoren einzublasen und sie auf diese Weise fortwährend zu erneuern.

Das Trocknen von Schiessbaumwolle hat seine Schwierigkeiten dadurch, dass einerseits dieselbe gegen Schlag und Reibung empfindlich ist, andererseits sie durch einen warmen Luftstrom stark elektrisch wird. Man hat es deshalb früher zur Regel gemacht, Schiessbaumwolle auf Leinwandrahmen zu trocknen, aber gerade hierdurch wird sie förmlich isolirt, und elektrische Entladungen können, wie dies Reid gefunden hat, leicht hervorgerufen werden. Der Verfasser zieht es deshalb vor, die Schiessbaumwolle auf fein durchlöcherten Kupferplatten zu trocknen, deren Oeffnungen so hergestellt sind, dass sie nach oben nur etwa $^1/_4$ mm Durchmesser, nach unten etwa 1 mm Durchmesser haben. Durch solche Platten fällt selbst feiner Schiesswollstaub nicht durch, während die Luft durch die conischen Löcher mit einem gewissen Drucke eintritt. Diese Kupferplatten sind auf hölzerne Rahmen aufgespannt und mit Lederstreifen besetzt, um Reibung von Metall gegen Metall zu verhindern. Ein an der Kupferplatte verlöthetes Drahtstück endigt in einen Haken und ist mit einem längs des Trockengestelles entlang laufenden breiten Kupferstreifen, der dem Rahmen gegenüber entsprechende Haken trägt, durch Kupferkettchen verbunden. Die Hauptleitung ist, wie üblich, zu einer Erdleitung ausgebildet. Hierdurch ist nun die fortwährende Ableitung der Elektricität gesichert. Die Rahmen selbst sind in den geschlossenen Kästen so angeordnet, dass die erwärmte Luft auf der einen Seite unterhalb der Rahmen einströmt und gezwungen ist, durch die Kupferplatten und die Schiessbaumwolle hindurch auszutreten und durch einen Abzugsschlot abgeführt zu werden.

Die erwärmte Luft wird gewöhnlich in der Weise erzeugt, dass man einen Heizkörper aus Rippenheizröhren oder aus einem Röhrenbündel in einen Kasten oder Blechcylinder einschliesst und darüber hinweg durch einen Ventilator Luft bläst. Die Heizkörper können entweder mit Dampf oder mit warmem Wasser geheizt werden.

Da die Bildung von Staub in Trockenhäusern wohl kaum vollständig zu vermeiden ist, so werden die Wände so dicht als möglich hergestellt und entweder mit einem undurchlässigen Stoffe oder, wie in Waltham-Abbey, ganz mit Zinkblech bekleidet. Der Fussboden wird mit Linoleum oder mit Bleiblech ausgelegt. Das Trocknen muss so geleitet werden, dass die Schiesswolle zum Schlusse höchstens 0,1 Proc. Feuchtigkeit enthält. Dies kann in der angedeuteten Weise in zwei Tagen leicht durchgeführt werden.

Sofort nach dem Trocknen muss die Schiessbaumwolle in luftdicht schliessende Säcke, gewöhnlich aus Kautschuk oder Leinwand, oder in luftdichte Kisten gebracht werden. Dies geschieht am besten in einem Vorraume, da in dem eigentlichen Trockenraume keine Arbeit verrichtet werden soll.

Gepresste Körper müssen vorsichtig getrocknet werden, da sie sich sonst leicht aufblättern und ihre Dichte dadurch geringer wird.

Häufig hat man elektrische Alarmthermometer, um die Temperatur zu regeln, doch ist es viel besser, von vornherein die Heizvorrichtung und den Ventilator so zu bemessen, dass selbst bei grober Nachlässigkeit die Temperatur eine gewisse Grenze nicht überschreiten kann.

Collodiumwolle. Es wurde schon früher darauf hingewiesen, dass die alte übliche Unterscheidung von Schiessbaumwolle nach den verschiedenen Nitrationsstufen der neueren Forschung gemäss keine Berechtigung mehr hat. Immerhin aber hat man aus Zweckmässigkeitsgründen das Unterscheidungsmerkmal beibehalten, dass die Schiessbaumwolle, welche sich in einem Gemische von Aether und Alkohol nicht löst, die sogenannte unlösliche Schiessbaumwolle ergiebt, während die andere Art die lösliche Schiessbaumwolle oder Collodiumwolle darstellt.

Ist der Stickstoffgehalt der Nitrocellulose ein sehr geringer, so ist es bei sorgfältigem Verfahren sogar möglich, eine Collodiumwolle herzustellen, welche sich in Alkohol allein löst, und sie findet für photographische Zwecke einige Verwendung.

Collodiumwolle ist niemals ein homogener Körper, sondern ein Gemisch verschiedener Nitrationsstufen, jedoch ist es bei sorgfältigem Arbeiten mit bestimmten Säuren und Temperaturen möglich, die Collodiumwolle von stets gleichem Stickstoffgehalte, gleicher Löslichkeit und Viscosität herzustellen.

Während aber einerseits für photographische Zwecke es genügt, wenn die Schiessbaumwolle in Aether vollkommen löslich, die Lösung ganz klar und wasserhell ist, und die auf den Glasplatten erzeugte Collodiumschicht eine gewisse Elasticität bei grosser Festigkeit besitzt, bedarf man für Gelatinedynamit und rauchloses Pulver einer solchen Collodiumwolle, welche sich zugleich vollständig in Nitroglycerin, Aetheralkohol u. s. w. löst und das Lösungsmittel dauernd bindet, also mit demselben eine homogene Masse bildet. Da zu gleicher Zeit gewünscht wird, dass die Collodiumwolle ein activer Bestandtheil des Explosivstoffes sei, so trachtet man sie gewöhnlich hoch nitrirt zu erhalten.

Die Herstellung der Collodiumwolle ist ganz analog der der Schiessbaumwolle, jedoch verwendet man schwächere Säuren. Allgemein üblich ist, gleiche Theile Salpetersäure von 75 Proc. Monohydrat und Schwefelsäure von 96 Proc. Monohydrat zu nehmen und

bei einer Temperatur von 40^0 zwischen 1 und $1^1/_2$ Stunden lang zu nitriren.

In neuerer Zeit findet man jedoch, dass das Nitriren bei höheren Temperaturen nicht immer gleichmässige Producte ergiebt, und dass, je höher die Temperatur ist, desto geringer die Viscosität der Collodiumwolle wird. Man hat im Allgemeinen zu beachten, dass, je stärker die Säure ist und insbesondere je mehr Schwefelsäure in dem Gemische vorhanden ist, desto höher der Stickstoffgehalt der Nitrocellulose wird. Je länger man nitrirt, desto grösser ist der Stickstoffgehalt, ohne jedoch die Viscosität merklich zu beeinflussen. Je höher die Temperatur des Säuregemisches gehalten wird, desto geringer wird der Stickstoffgehalt und die Viscosität.

Es wäre sonach ganz gut möglich, für gewisse Zwecke vorzüglich geeignete Collodiumwolle zu erzeugen, indem man die Baumwolle in höchstgrädige Säuren bei gewöhnlicher Temperatur ganz kurze Zeit eintaucht, doch ist es, um einen gewissen Spielraum bei der Nitrirung zu besitzen, vortheilhafter, die Säuren nicht allzu stark zu nehmen und dafür etwas länger zu nitriren.

Die Mischungsverhältnisse hängen zum grossen Theile von der Qualität der Baumwolle ab, da manche Baumwollgattungen weniger leicht die Säuren auffangen und auch ein weniger günstiges Endproduct in Bezug auf Löslichkeit und Viscosität ergeben.

Andere Nitrocellulosen. Schon zur Zeit der Erfindung der Nitrocellulose hat man versucht, Papier zu nitriren, welches als Pyropapier in den Handel gebracht wurde.

In neuerer Zeit hat man versucht, rauchloses Pulver herzustellen, indem man nitrirtes Papier zu einem Cylinder aufwickelte und dadurch eine Patronenladung herstellte.

In grossem Maassstabe wird das Papier wohl nur in Celluloidfabriken verwendet, wo Seidenpapier durch Zerreissmaschinen in kleine Stücke zerrissen und dann in der üblichen Weise nitrirt wird. Man verwendet jedoch auch Papier und Papierstoff in einzelnen Fabriken für rauchloses Pulver. So verwendet Güttler z. B. für Plastomenit die sogenannte Sodacellulose, nämlich durch Kochen mit Sodalösung aus dem Holze erzeugte Cellulose. Anderswo benutzt man reines Baumwollpapier (Löschpapier), das in der bei der Celluloidfabrikation üblichen Weise zerkleinert und nitrirt wird.

Reine Holzsubstanz hat wohl die früheste praktische Verwendung für rauchloses Pulver in dem vom Artilleriehauptmanne Schultze in Potsdam erfundenen Schultze-Pulver gefunden, das noch heute in England sehr beliebt ist. Das Holz wurde dabei in dünne Blätter und diese in viereckige Blättchen zerschnitten, welche durch Kochen mit Sodalösung, Behandlung mit Dampf und Wasser und schliessliches Bleichen mit Chlorkalk in möglichst reine Cellulose verwandelt

wurden. Das Nitriren wurde sodann durch geeignete Apparate vorgenommen.

Eine der am nächsten liegenden Cellulosearten ist Stärke, und schon Braconnot und Pelouze haben es versucht, dieselbe zu Nitrocellulose zu verarbeiten. Leider lässt sich Stärke nur sehr schwer nitriren. Giebt man sie in ein Gemisch von Schwefelsäure und Salpetersäure, so ballt sie sich sehr stark zusammen. v. Uchatius hat deshalb zuerst die Stärke in Salpetersäure aufgelöst und die Lösung sodann unter Umrührung in Schwefelsäure gegossen. Nitrostärke ist sehr hygroskopisch, und es ist bisher auch noch nicht gelungen, dieselbe so stabil zu machen, dass sie unbegrenzte Zeit aufbewahrt werden könnte. Sie hat deshalb auch trotz wiederholter Versuche noch keine grössere Verwendung gefunden.

Eine andere mehr versprechende Nitrocellulose wurde von Aimé Girard in der Nitrocellulose gefunden.

Wenn man nämlich Cellulose mit verdünnten Säuren in Berührung bringt, so nimmt dieselbe Wasser auf und verwandelt sich in einen neuen Körper, welchen Girard Nitrohydrocellulose nannte, und dem die Formel $C_{12}H_{22}O_{11}$ zukommt, wenn der gewöhnlichen Baumwolle die Formel $C_{12}H_{20}O_{10}$ gegeben wird.

Man kann Hydrocellulose im Grossen erzeugen, indem man die Baumwolle bei 15° 12 Stunden lang in Schwefelsäure von 1,450 specifischem Gewichte oder 24 Stunden lang in Salzsäure von 1,171 specifischem Gewichte (21° Bé.) eintaucht, noch schneller, wenn man gasförmige Salzsäure benutzt. In der Wärme erfolgt die Bildung von Hydrocellulose schon in wenigen Minuten. Am sichersten ist es, verdünnte Säuren zu verwenden, welche durch längere Einwirkung bei höherer Temperatur rasch genug die Umwandlung der Baumwolle bewirken. Man kann dann irgend eine Mineralsäure, gewöhnlich verdünnte Schwefelsäure oder Salzsäure, verwenden. Der übliche Vorgang ist der, dass man 3 Thle. Schwefelsäure oder Salzsäure zu 97 Thln. Wasser nimmt, die Baumwolle einige Minuten eintaucht, bis sie die Säure vollständig absorbirt hat, sodann in Centrifugen ausschleudert, hierauf durch Ausbreiten an freier Luft trocknet und dann in thönernen oder emaillirten Eisengefässen in einem Ofen etwa zehn Stunden lang bei 40° erwärmt. Je höher die Temperatur, desto kürzer die Dauer dieser Erwärmung. Bei 70° dauert sie nur drei Stunden lang. Hierauf wird die Hydrocellulose durch Waschen von Säure vollständig befreit.

Die Hydrocellulose wird durch die Einwirkung der Säuren zu einer leicht zerreiblichen Masse umgewandelt, welche aus dem geringsten Anlasse in feines Pulver zerfällt. Sie kann so wie gewöhnliche Baumwolle nitrirt werden und ergiebt sehr reine, gleichmässige Schiessbaumwolle. Nitrohydrocellulose ist gegen Schlag ein wenig empfindlicher, als gewöhnliche Schiessbaumwolle. Sie findet hauptsächlich Verwendung für die Herstellung von detonirenden Zündschnüren, wie

sie in der französischen Armee eingeführt sind. J. Trauzl hat für die Sprenggelatine eine Zündpatrone aus 60 Proc. Nitroglycerin und 40 Proc. Nitrohydrocellulose hergestellt, jedoch ist man von solchen Zündpatronen wieder abgekommen.

Eigenschaften der Schiessbaumwolle. Schiessbaumwolle behält vollständig die Structur der gewöhnlichen Baumwolle, selbst unter dem Mikroskope; wird sie jedoch im polarisirten Lichte betrachtet, so irisirt sie lebhaft, während gewöhnliche Baumwolle hellgelb bis röthlich ist. Schiessbaumwolle ist rauher und spröder, knirscht leise beim Zusammendrücken und hat natürlich an specifischem Gewichte bedeutend zugenommen. Zwischen den Fingern gerieben, wird sie elektrisch und haftet an der trockenen Haut. Reibt man ganz trockene Schiessbaumwolle im Dunkeln, so phosphorescirt sie.

Um Schiessbaumwolle von gewöhnlicher Baumwolle zu unterscheiden, giebt man sie nach Kindt in eine Lösung von Jod in Jodkalium und befeuchtet sie mit verdünnter Schwefelsäure. Baumwolle wird dabei blau, Schiessbaumwolle gelb gefärbt.

Reine Schiessbaumwolle ist geruch- und geschmacklos und frei von Säuren. Das Raumgewicht der losen Schiessbaumwolle in Flocken ist 0,1, in gepülptem Zustande 0,3, während gepresste Schiessbaumwolle von 1,0 bis 1,3 specifisches Gewicht hat und selbst unter dem bedeutendsten in der Praxis möglichen Drucke eine höhere Dichtigkeit als 1,4 nicht zu erzielen ist. Das absolute specifische Gewicht ist 1,634.

Schiessbaumwolle ist in warmem wie in kaltem Wasser unlöslich; ebenso ist höchst nitrirte Schiessbaumwolle in Alkohol, wie in Aether, wie in einem Gemische dieser beiden unlöslich. Sämmtliche Collodiumwollen dagegen sind in einem Gemische von 2 Thln. Aether und 1 Thl. Alkohol vollständig löslich. Schiessbaumwolle jeder Art ist in Aceton, Essigäther, Benzol, Nitrobenzol und dergleichen löslich. Höchst nitrirte Schiessbaumwolle ist in Nitroglycerin unlöslich, beide zusammen können aber durch Aceton zu einer homogenen Masse gelöst werden. Wird Schiessbaumwolle in Schwefelnatrium gekocht, so löst sie sich vollständig. Concentrirte Lösungen von Alkalien zersetzen sie allmälig in der Wärme; werden jedoch diese Lösungen mit Alkohol versetzt, so geht die Zersetzung, wie Hess und Schwab im Jahre 1877 gefunden, rapid vor sich. Aetzkali mit Alkohol wirkt fast momentan. Lufttrockene Schiessbaumwolle enthält etwa 2 Proc. Feuchtigkeit. Aus den erwähnten Reactionen mit Alkalien, welche unter Bildung von salpetersauren Alkalien die Baumwolle regeneriren, sowie aus den Reactionen mit Eisenchlorür (nach Béchamp), Kaliumsulfhydrat (nach Hadow) und Ammoniumhydrat (nach v. Pettenkofer), bei welchen stets eine Regenerirung der Schiessbaumwolle stattfindet, ist der Schluss berechtigt, dass die Schiessbaumwolle ein Ester der Salpetersäure ist, wie dies zuerst von Béchamp ausgesprochen wurde.

Für die chemische Untersuchung der Schiessbaumwolle bestehen in allen Staaten bestimmte Vorschriften, welche nur selten, den besonderen Anforderungen entsprechend, von einander abweichen, im Allgemeinen aber nach und nach sich herausgebildet haben und so ziemlich in gleicher Weise überall in Verwendung stehen.

Man bestimmt die Feuchtigkeit, indem man bei loser Schiessbaumwolle von verschiedenen Stellen einer Kiste möglichst gleich grosse Muster nimmt und die Muster von vier Kisten zusammenmischt.

Bei gepresster Schiessbaumwolle entnimmt man von etwa 1 Proc. der gesammten Lieferung je einen Körper und entnimmt von jedem dieser Körper aus der Mitte eine bestimmte, möglichst gleiche Quantität. Die entnommenen Proben werden mit der Hand zerrieben und durch ein feines Metallsieb gedrückt, um sie möglichst zu vermischen. Dieses Muster wird sodann zu sämmtlichen Versuchen benutzt.

1. Feuchtigkeit. Man trocknet die Schiessbaumwolle auf kleinen Papiertassen, die man sich durch Aufbiegen von Papierbogen herstellt, in einem Luftbade bei 50° bis zur Gewichtsconstanz. Die Analysen werden auf Trockengewicht berechnet.

2. Aschengehalt. 5 g getrocknete Schiessbaumwolle werden mit etwas reinem Paraffin in einem Platin- oder Porcellantiegel verbrannt. Man kann dies durch Nachhülfe mit einem glühenden Platindrahte befördern, damit die Veraschung bei möglichst niedriger Temperatur erfolge. Die Asche wird mit einer Lösung von kohlensaurem Ammoniak aufgenommen und wiederholt auf 200° erwärmt, bis zur Gewichtsconstanz.

3. Bestimmung des kohlensauren Kalkes. 5 g Schiessbaumwolle werden mit 100 ccm Wasser und 20 ccm $^1/_4$-Normal-Salzsäurelösung bei 15° versetzt. Man kocht die Mischung sechs bis sieben Minuten lang, filtrirt sie, wäscht nochmals aus und lässt die abgelaufene Lösung abkühlen. Hierauf titrirt man mit $^1/_4$-Normal-Sodalösung und Methylorange oder Lackmustinctur als Indicator. Aus der Differenz zwischen den verbrauchten Cubikcentimetern Salzsäure und Sodalösung berechnet man den Gehalt an Alkalien. Oder man digerirt 5 g Schiessbaumwolle 24 Stunden lang mit $^1/_2$-Normal-Salzsäure, filtrirt den Rückstand, wäscht ihn wiederholt aus und trocknet ihn. Der Gewichtsunterschied ergiebt den Gehalt an kohlensaurem Kalk.

4. Stabilitätsprobe. Man unterwirft etwa 1 g der Stabilitätsprobe und die charakteristische Färbung darf nicht früher als in 15 Minuten erscheinen. In England begnügt man sich mit zehn Minuten. Die deutsche Regierung verlangt ein Aushalten der Stabilitätsprobe während zehn Minuten bei einer Temperatur von 80°. Die Ausführung der Stabilitätsprobe ist im Anhange nachzulesen.



5. Entzündungstemperatur. Man giebt 0,05 g Schiessbaumwolle in ein Probirglas, welches in einem auf 100° erhitzten Oelbade steht. Man lässt die Temperatur allmälig ansteigen und notirt die Temperatur, bei welcher die Schiessbaumwolle Feuer fängt. Für gute Schiessbaumwolle soll dies nicht unter 180° stattfinden. Es besteht ein geringer Unterschied zwischen allmäliger Erwärmung und plötzlicher Erwärmung der Schiessbaumwolle. Will man die Entzündungstemperatur bei letzterer beobachten, so giebt man in das Oelbad vermittelst eines mit Löchern versehenen Kupferdeckels etwa ein Dutzend Probirgläser, steigert die Temperatur allmälig, und wirft bei verschiedenen Temperaturen kleine Quantitäten von Schiessbaumwolle in je ein anderes Probirgläschen ein.

6. Stickstoffbestimmung. Für dieselbe giebt es verschiedene Methoden, doch nur wenige werden allgemeiner verwendet. Die Methode der Stickstoffbestimmung von Dumas kann als bekannt angenommen werden, da sie in jedem Lehrbuche der Chemie bei der Stickstoffbestimmung in organischen Verbindungen zu finden ist.

In Frankreich bedient man sich der Schlösing'schen Methode, welche jedoch von Schultze und Tiemann modificirt und nach einer von Schmidt freundlichst überlassenen Beschreibung von demselben so verbessert wurde, dass sie nach persönlichen Erfahrungen des Verfassers sehr leicht auszuführen ist und sehr genaue Resultate ergiebt. Der hierzu verwendete Apparat ist in Fig. 25 abgebildet. Derselbe besteht aus einem Glascylinder, in welchem sich eine graduirte Röhre, durch zwei Stopfen eingesetzt, befindet. Die Röhre trägt oben einen Glashahn *a* mit Trichter *y*. Sie wird in eine Glaswanne *w* eingesetzt, welche unterhalb einen durchbohrten Gummistopfen trägt, und dieser durch ein gläsernes T-Stück einerseits mit dem die Natronlauge enthaltenden Gefässe, andererseits mit dem Messrohre *c* verbunden. Man öffnet den Glashahn *a* und den Quetschhahn *b* und lässt die Natronlauge allmälig in die graduirte Röhre einfliessen, wobei das Rohr *c* geschlossen gehalten wird. Sobald die Bürette bis zur Hälfte des Fülltrichters *y* mit Lauge gefüllt ist, schliesst man die Hähne *a* und *b* und öffnet *c*. Durch den Schlauch *d* tritt in den unteren Theil des Glasgefässes Kühlwasser ein und läuft durch den Schlauch *e* ab. Man wägt 0,600 bis 0,650 g Schiessbaumwolle in einem verschlossenen Wägegläschen ab und füllt sie in das Kölbchen *f*. Das Wägegläschen wird sodann mit etwa 25 ccm Wasser nachgespült. In das Kölbchen sind durch einen doppelt durchbohrten Stopfen zwei Glasröhrchen eingelassen, von denen das eine durch entsprechende Verbindungen in das Reagensglas *r* und das andere in die mit Natronlange gefüllte Wanne *w* eintaucht. Durch abwechselndes Oeffnen und Schliessen der Quetschhähne *g* und *h* wird das Kölbchen nun luftleer gekocht. Sobald alle Luft ausgetrieben ist, schliesst man die Quetschhähne *g* und *h*

und entfernt die Gasflamme. Hierauf füllt man in das Reagensgläschen *r* 25 ccm concentrirte Eisenchlorürlösung und 10 bis 25 ccm concentrirte Salzsäure und saugt dieselben durch Oeffnen des Quetschhahnes *g* in das Entwickelungskölbchen *f* ein, doch so, dass keine Luft

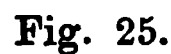


Fig. 25.

hineingerathe, und spült mit einigen Cubikcentimetern Wasser nach. Man schliesst sodann den Quetschhahn *g*, setzt das Rohr *i* unter die Bürette und leitet die Entwickelung des Stickoxydgases durch Erhitzen des Kölbchens ein. Sobald der Gasdruck in dem Kölbchen stärker ge-

worden ist, als der äussere Luftdruck, so bläht sich der Verbindungsschlauch auf, worauf man den Quetschhahn *h* öffnet und so lange unter häufigem Umschütteln des Kölbchens kocht, bis keine Stickoxydblasen mehr in der Natronlauge aufsteigen und andererseits durch das Ueberdestilliren von Salzsäure ein knatterndes Geräusch entsteht. Man schliesst nun den Quetschhahn *h* und öffnet den Hahn *g*, setzt die Bürette wieder luftdicht auf den in der Wanne *w* befindlichen Gummistopfen auf und kühlt so lange, bis das durch *e* abfliessende Wasser dieselbe Temperatur zeigt, wie das durch *d* in den Kühlmantel eingeführte, was durch in der Glasröhre und in der Röhre *e* angebrachte Thermometer beobachtet wird. Bringt man nun das Niveau der Natronlauge im Messrohre durch Heben oder Senken desselben auf gleiche Höhe mit dem Niveau der Natronlauge in der Bürette, so kann man das erhaltene Volum Stickoxydgas bis auf $^1/_{10}$ ccm genau ablesen und in bekannter Weise den Stickstoffgehalt berechnen. Die in der Wanne befindliche gebrauchte Natronlauge zieht man durch die Schlauchverbindung *l* in ein unter dem Tische befindliches Gefäss ab.

Die Eisenchlorürlösung wird durch Auflösen von Eisennägeln in concentrirter Salzsäure hergestellt, wobei das Eisen im Ueberschusse vorhanden sein muss. Wenn die Wasserstoffentwickelung aufhört, so filtrirt man die Lösung warm durch ein Faltenfilter und säuert das Filtrat mit einigen Tropfen concentrirter Salzsäure an. Die als Absperrflüssigkeit dienende Natronlauge hat einen Gehalt von 25 bis 30° Bé.

Die mit dem Schultze-Tiemann'schen Apparate erzielten Resultate sind durchschnittlich etwas höher (etwa 0,2 Proc.), als mit dem Lunge'schen Nitrometer.

Von den verschiedenen sonstigen Methoden sind insbesondere die nitrometrischen Methoden in Gebrauch. Von solchen sind hauptsächlich die von Hempel, Lubarsch und Lunge zu erwähnen. Der Lunge'sche Nitrometer ist jedoch seiner bequemen und einfachen Handhabung, sowie der genauen Resultate wegen, welche damit zu erzielen sind, allgemein und fast ausschliesslich in Gebrauch. Seine Handhabung muss als bekannt angenommen werden, Beschreibungen desselben finden sich in allen Lehrbüchern. Man wägt etwa 0,6 g Schiessbaumwolle in einem kleinen Wägefläschchen genau ab, fügt etwas concentrirte Schwefelsäure hinzu und lässt 20 bis 30 Minuten lang stehen, bis die Schiessbaumwolle vollständig aufgelöst ist. Hierauf wäscht man sie mit concentrirter Schwefelsäure in den Nitrometer ein, spült mit etwa 10 ccm verdünnter Schwefelsäure nach und wäscht auch den Fülltrichter des Nitrometers damit aus. Nach erfolgtem Schütteln des Nitrometers in der üblichen Weise und Abkühlenlassen liest man die Anzahl der entwickelten Cubikcentimeter Stickoxyd ab, wobei man die Vorsicht gebraucht, die Temperatur endgültig erst nach 20 Minuten zu nehmen. Es wurde dem Verfasser mitgetheilt,

dass durch Lösen der Schiessbaumwolle in mit Eis gekühlter Schwefelsäure ein Mehrgehalt von etwa 0,2 Proc. Stickstoff gefunden werde, doch haben von mehreren Chemikern gleichzeitig sorgfältigst ausgeführte Versuche diese Ansicht nicht bestätigt.

7. Bestimmung der nicht nitrirten Cellulose. 5 g trockener Schiessbaumwolle werden eine halbe Stunde lang mit einer gesättigten Lösung von Schwefelnatrium gekocht, sodann 24 Stunden lang stehen gelassen und decantirt. Hierauf kocht man dieselbe abermals eine halbe Stunde lang mit einer frischen Lösung von Schwefelnatrium. Der Rückstand wird auf einem getrockneten Leinwandfilter gesammelt, dessen Gewicht bekannt ist, sodann mit heissem, destillirtem Wasser gewaschen, bis das Filtrat auf Bleiacetat keine Färbung giebt. Hierauf wäscht man denselben mit verdünnter Salzsäure und schliesslich mit Wasser, bis das Filtrat mit Silbernitrat keine Reaction giebt. Man trocknet das Filter, löst den Rückstand ab und trocknet auf einem Uhrglase bei 50°. Das Gewicht des getrockneten Filters, abzüglich des Gewichtes der Asche, welches man durch Calciniren des Filters in einem Platintiegel erhält, ergiebt das Gewicht der nicht nitrirten Cellulose.

8. Bestimmung der löslichen Schiessbaumwolle (Collodiumwolle). Die Bestimmung der löslichen Schiessbaumwolle beruht auf dem Verhalten derselben gegen eine Mischung von Aether und Alkohol, in welcher sich dieselbe löst, während die eigentliche Schiessbaumwolle von dieser Mischung nicht angegriffen wird. Gewöhnlich wägt man 5 g Schiessbaumwolle in einem Erlenmeyer'schen Kolben, übergiesst sie mit etwa 200 ccm einer Mischung von zwei Theilen Aether von 0,735 specifischem Gewichte und einem Theile Alkohol von 0,805 specifischem Gewichte, lässt 12 Stunden lang unter häufigem Umschütteln stehen und giesst die überstehende Lösung ab. Man giebt aufs Neue Aetheralkohol auf und filtrirt nach zwei Stunden durch ein getrocknetes und gewogenes Leinenfilter. Der Rückstand auf dem Filter wird wiederholt mit Aetheralkohol gewaschen und das Filter sodann bei 50° getrocknet. Die Differenz ergiebt den Gehalt an löslicher Schiessbaumwolle.

Dieses Verfahren leidet an dem Uebelstande, dass die Lösung von Schiessbaumwolle in Aetheralkohol nur sehr schwer durch ein Filter geht, und dass dies durch Anwendung einer Luftpumpe nicht wesentlich beschleunigt wird. Es bleibt dann schliesslich auf dem Filter eine gelatinöse Masse von Collodium zurück, welche ein vollständiges Durchfiltriren unmöglich macht. Die neuere englische Vorschrift ist deshalb viel praktischer und auch viel genauer. Man giebt genau 50 grains (etwa $3^1/_4$ g) Schiessbaumwolle in einen mit Stöpsel versehenen gläsernen Cylinder von 200 ccm Fassungsraum, übergiesst sie mit 150 ccm Aetheralkohol und lässt sie sechs Stunden lang unter häufigem Um-

schütteln digeriren, wonach man absitzen lässt. Sobald die Lösung oberhalb der Schiesswolle klar geworden ist, werden 75 ccm davon in ein kleines gewogenes Fläschchen gebracht, der grössere Theil des Lösungsmittels daraus durch Destillation im Wasserbade entfernt, und der Rest im Wasserbade bei einer Temperatur von höchstens 50° (120° F.) ausgetrieben, bis Gewichtsconstanz erreicht ist.

Multiplicirt man das Gewicht der extrahirten löslichen Schiessbaumwolle mit 4, so erhält man unmittelbar den Procentgehalt an löslicher Schiessbaumwolle im Muster.

Die Untersuchung der Collodiumwolle erfolgt auf dieselbe Weise und nach denselben Methoden, wie die der Schiessbaumwolle. Hier ist in noch viel grösserem Maasse die Schwierigkeit der Bestimmung der löslichen Schiessbaumwolle vorhanden und deshalb in jedem Falle die englische Methode vorzuziehen.

In Amerika wird nach John P. Wisser die Untersuchung der Schiessbaumwolle wie folgt vorgenommen:

Die Asche findet man nach Entfernung des kohlensauren Kalkes durch Behandeln einer gewogenen Menge im gewogenen Platintiegel mit concentrirter Salpetersäure, sorgfältiges Verdampfen zur Trockne und Verbrennen des Rückstandes. Der Gewichtszuwachs giebt die Asche.

Mono- und Dinitrocellulose werden gefunden, indem 5 g Schiessbaumwolle zuerst mit 200 g Aetheralkohol im Verhältnisse 3 : 1 zwölf Stunden lang, dann mit ebensoviel im Verhältnisse 2 : 1 während sechs Stunden, dann mit solchem im Verhältnisse 1 : 1 behandelt werden, wobei man jedesmal absitzen lässt und das Ueberstehende durch ein Faltenfilter giesst. Hierauf wäscht man zweimal mit reinem Alkohol, zweimal mit verdünntem Alkohol und endlich mehrere Male mit Wasser. Der Rückstand wird auf das Filter gebracht, bei 60° getrocknet und gewogen. Der Gewichtsverlust ergiebt die niedrigen Nitrirungsstufen.

Zur Bestimmung der nicht nitrirten Cellulose wird eine gewogene Menge Schiessbaumwolle 15 Minuten lang in einer concentrirten Lösung von zinnsaurem Natron gekocht, wobei nitrirte Cellulose in Lösung geht, dann filtrirt, der Rückstand gewaschen, bei 100° getrocknet und gewogen. Das zinnsaure Natron wird jedesmal frisch bereitet, indem man Aetznatron mit Zinn zusammenschmilzt und die Schmelze auslaugt.

Die früher viel besprochene Selbstzersetzung der Schiessbaumwolle ist heute schon fast zur Fabel geworden. Es ist nicht zu zweifeln, dass die nach den alten Verfahren hergestellten Nitrocellulosen nicht genügend entsäuert und gereinigt waren, und dass in Folge dessen Selbstzersetzung und selbst bedeutende Explosionen stattfanden.

Abel hat aber durch gründliche Versuche dargethan, dass gut hergestellte Schiessbaumwolle selbst bis auf 90° erwärmt werden kann, und dass in vollgepackte Kisten aufbewahrte Schiessbaumwolle sechs Monate lang auf 50° erwärmt werden konnte, ohne sich zu zersetzen.

Wie alle Nitrokörper kann auch Schiessbaumwolle Temperaturen über 50° auf die Dauer nicht ohne Schaden aushalten, wenngleich kurze Erwärmung selbst bis auf 70° noch nicht schadet. Temperaturen von 45 bis 50° kommen aber nur in den allerseltensten Fällen vor, und wo sie möglich sind, wird man eben für deren Herabsetzung Sorge tragen müssen. Bei den in Europa vorkommenden Temperaturen ist Schiessbaumwolle auf unbegrenzte Zeit sicher.

Früher hat man allerlei Mittel versucht, um etwa durch Zersetzung entstehende Säurespuren sofort zu neutralisiren, und noch gegenwärtig wird in fast allen Ländern ein Zusatz von kohlensaurem Kalk verlangt. Der Verfasser ist bei allen Nitrokörpern solchen Zusätzen abgeneigt. Werden dieselben vollkommen tadellos und im reinen Zustande hergestellt, so kann ein solcher Zusatz nur zu vorläufiger Täuschung führen, und falls höhere Temperaturen vorhanden sind, so ist der Zusatz von Alkalien nur auf ganz kurze Zeit wirksam, während diese selbst zersetzend auf Nitrokörper einwirken, wenn sie höheren Temperaturen ausgesetzt sind.

Es hat sich gezeigt, dass Dynamite nach einem Jahre Aufenthaltes in tropischen Klimaten keine Spur von Alkalien mehr enthielten. Gelatinedynamit, welches in einem englischen Magazine ein Jahr lang aufbewahrt war, hatte nach Ablauf dieser Zeit $96^1/_2$ Proc. des ursprünglich darin enthalten gewesenen Magnesiacarbonates verloren. Schiessbaumwolle, welche mit Alkalien versetzt war und einer Temperatur von 50° mehrere Wochen hindurch ausgesetzt wurde, bestand die Stabilitätsprobe schlechter, als solche ohne Zusatz von Alkalien. Sehr deutlich tritt dies zu Tage, wenn statt des kohlensauren Kalkes ein Zusatz von kohlensaurem Natron, und noch mehr, wenn ein Zusatz von kohlensaurem Ammoniak gemacht wird. Hierbei wird die Schiessbaumwolle zersetzt, es bilden sich Alkalinitrate, und diese selbst sind so wenig stabil, dass damit schliesslich eine ernste Gefahr für die Beständigkeit der Schiessbaumwolle entsteht.

Ein Zusatz von Anilin macht die Schiessbaumwolle dauernd alkalisch, und giebt ihr eine sehr hohe Dauer bei der Stabilitätsprobe, jedoch wird sie dadurch braun gefärbt, und im Grunde ist dies nur eine Verfälschung. Ebenso ist es seit langer Zeit bekannt, dass die zur Verhinderung von Pilzbildung übliche Tränkung mit Sublimatlösung die Wärmeprobe vereitelt.

Um die Schiessbaumwolle gegen mechanische Einflüsse unempfindlich zu machen, und um eine Zersetzung möglichst zu verhindern, hat Abel empfohlen, Schiessbaumwolle in feuchtem Zustande aufzubewahren, und das ist auch heute allgemein üblich.

Zündet man flockenförmige Schiessbaumwolle in freier Luft an, so verbrennt sie ausserordentlich rasch mit gelber Flamme und man kann deshalb kleine Mengen Schiessbaumwolle über Pulver abbrennen, ohne letzteres zu entzünden.

Wie die meisten Nitrokörper explodirt Schiessbaumwolle durch Schlag zwischen harten Körpern. Wenn jedoch eine Weiterleitung des Schlages, wie z. B. auf einer Stahlstange, nicht stattfindet, so explodirt nur das direct getroffene Theilchen. Gute Schiessbaumwolle, wenn rasch erhitzt, hat eine Explosionstemperatur von zwischen 180 und 184°.

Die Verbrennungsproducte der Schiessbaumwolle wurden mehrfach untersucht. Aus 1 g Schiessbaumwolle erhielten Hecker und Schmidt 588 ccm Gas, Teschenmacher und Porret 483 ccm, Károlyi bei Explosion unter hohem Drucke 755 ccm bei 0° und 0,760 m.

Die Zusammensetzung der Gase, wie sie bei diesen Beobachtungen gefunden wurde, ist aus folgender Tabelle zu ersehen.

	Hecker und Schmidt	Teschenmacher und Porret	Károlyi a.	Károlyi b.
	Im Vacuum verbrannt			Unter hohem Drucke explodirt
Kohlenoxyd	37,91	19,02	28,55	28,95
Kohlensäure	13,32	7,63	19,11	20,82
Grubengas	—	—	11,17	7,24
Oelbildendes Gas . .	4,63	—	—	—
Cyan	—	3,79	—	—
Stickoxyd	15,35	18,08	8,83	—
Stickstoff	4,03	3,82	8,56	12,67
Wasserdampf	24,76	47,66	21,93	25,34
Wasserstoff	—	—	—	3,16
	100,00	100,00	98,15	98,18

Die neuesten Versuche haben W. Macnab und E. Ristori in den Berichten der Royal Society von 1894 veröffentlicht. Sie bedienten sich der calorimetrischen Bombe von Berthelot und die auf Nitrocellulose von 13,3 Proc. Stickstoffgehalt Bezug habenden Resultate waren die folgenden:

Calorien pro Gramm: 1061

Permanente Gase	673 ccm
Wasserdampf	203 „
Gesammtvolumen der Gase bei 0° und 760 mm .	876 ccm.

Procentgehalt der permanenten Gase:

CO_2 22,3, CO 45,4, CH_4 0,5, H 14,9, N 16,9.

Näheres über Macnab's und Ristori's Versuche findet sich später bei den rauchlosen Pulvern.



Anwendung der Schiessbaumwolle. Schiessbaumwolle für sich wird eigentlich nur für militärische Ingenieurzwecke, Torpedo- und Granatfüllungen etc. verwendet. Ihr Gebrauch in Bergwerken ist fast ganz verschwunden.

Da der in der Schiessbaumwolle enthaltene Sauerstoff nicht hinreichend ist, um vollständige Verbrennung zu Kohlensäure zu erzielen, so hat man von allem Anfange versucht, Sauerstoffträger beizumengen. Nach einem von Abel gemachten Vorschlage mischt man sie mit Barytsalpeter oder Kalisalpeter und presst sie zu Patronen. Derlei Sprengpatronen kommen in Deutschland unter dem Namen „Bergwerkspatronen“, in England unter dem Namen „Tonit“ in den Handel und enthalten gewöhnlich 52,5 Thle. Schiessbaumwolle und 47,5 Thle. Barytsalpeter.

Die Verwendungen von Collodiumwolle zur Bereitung von Celluloid, zur Herstellung transparenter Bedachung, zur Darstellung von Collodium sind bekannt. Eine sehr bedeutende Verwendung der Schiessbaumwolle ist in neuerer Zeit durch das Entstehen der rauchlosen Pulver gegeben worden, worüber später noch Näheres. In Frankreich macht man aus Nitrocellulose „Cordeaux détonants“ (detonirende Zündschnur).

Explosivstoffe aus Zuckerarten. Zucker ist in seiner chemischen Zusammensetzung der Cellulose so nahe, wenngleich in seinen physikalischen Eigenschaften weit von ihr verschieden, dass wiederholt versucht wurde, denselben zu einem Explosivstoffe auszubilden.

So hat Schönbein Rohrzucker nitrirt, Stenhouse, Strecker und Reinsch haben den Mannit mit Salpeterschwefelsäure behandelt, doch geben beide Körper durch Reibung, Schlag und Erwärmung leicht explodirbare, den Knallpräparaten nahe kommende Producte, welche ihrer Gefährlichkeit wegen keine weitere Verwendung gefunden haben.

Wille hat in der Zeitschrift für angewandte Chemie 1898 eine grössere Untersuchung über die verschiedenen Nitrokörper veröffentlicht, welche aus Zuckerarten, Saccharose, Rhamnose u. s. w. gebildet werden können. Die Ergebnisse seiner Untersuchung zeigten, dass die entstehenden Körper fast ausnahmslos nur geringe Stabilität besitzen, und es lässt sich daraus der Schluss ziehen, dass beim Nitriren ein Theil der Cellulose durch die Säuren eine Umwandlung in Zucker erfährt, welche zur Bildung der wenig stabilen Nitrozucker Veranlassung geben und damit die Stabilität zu gefährden vermag.

Nitroglycerin.

Nitroglycerin entsteht durch Behandlung von Glycerin mit Salpetersäure, wo drei Atome Wasserstoff durch drei Nitrogruppen ersetzt werden:

$$C_3H_8O_3 + 3\,HNO_3 = C_3H_5(NO_2)_3O_3 + 3\,H_2O.$$

Der Name Nitroglycerin hat sich allgemein eingebürgert, ist aber unrichtig, da Nitroglycerin keine Nitroverbindung, sondern ein Salpetersäureester des Glycerins ist. Auch beim Nitroglycerin ist ein Mono- und ein Dinitroproduct denkbar, doch gelingt es nicht, dieselben zu isoliren, dagegen vermuthet man, dass sie sich während der Nitrirung fortwährend bilden, in der grossen Menge von Schwefelsäure aber und auch in dem zum Waschen verwendeten Wasser löslich sind. Auch ist es wahrscheinlich, dass sie sich in Berührung mit feuchter Luft sofort zersetzen.

Die Erzeugung des Nitroglycerins erfolgt ähnlich wie die der Schiessbaumwolle mit den in Rücksicht auf den flüssigen Zustand des Nitroglycerins nöthigen Veränderungen.

Auch beim Nitroglycerin ist die Schwefelsäure als Zwischenmittel nothwendig, um die Salpetersäure stets in ihrer Concentration zu erhalten, d. h. das bei der Reaction gebildete Wasser aufzunehmen. Andererseits hilft die Schwefelsäure auch das Nitroglycerin niederzuschlagen, da dieses in concentrirter Schwefelsäure sowohl, wie in concentrirter Salpetersäure löslich ist, im Gemische beider aber nicht. Wird jedoch von dem einen oder anderen ein zu grosser Ueberschuss genommen, so löst sich ein Theil des Nitroglycerins und die Ausbeute wird dadurch geringer.

Es ist nicht möglich, die ganze zur Nitrirung gelangende Menge auf einmal mit dem Gemische in Verbindung zu bringen, wie dies zum Theile bei der Schiessbaumwolle geschieht, weil die bei der Reaction frei werdende Wärme eine zu hohe Temperatur erzeugen würde; man muss deshalb allmälig arbeiten. Es ist auch nicht möglich, das Säuregemisch in das Glycerin fliessen zu lassen, weil letzteres zu dickflüssig ist und es in Folge dessen schwierig wäre, die innige Vermischung vorzunehmen. Man wählt deshalb den Weg, dass man das Säuregemisch der ganzen Menge nach in ein Gefäss bringt und das Glycerin langsam einfliessen lässt. Dies hat allerdings den Nachtheil, dass zum Schlusse die Salpetersäure in dem Gemenge ausserordentlich vertheilt ist und dass hernach einfliessendes Glycerin nicht sofort von der Salpetersäure angegriffen wird, doch ist der vielen anderen Vortheile wegen dieses Verfahren vorzuziehen.

Glycerin. Es giebt zwei Quellen für Rohglycerin, die eine ist die bei der Verseifung der Fette durch Kalk oder überhitzten Dampf unterhalb der entstandenen Fettseife gebildete Flüssigkeit, welche mehr oder weniger grosse Mengen von Glycerin aufgelöst enthält. Diese Lauge wird in Vacuumapparaten bis auf 1,240 specifisches Gewicht concentrirt und kommt als Rohglycerin in den Handel. Die andere Art ist die beim Kochen der Seife mit Kali oder Natronlauge und nach erfolgtem Aussalzen der Seife ausgeschiedene wässerige Lauge, die sogenannte Seifenunterlauge. Bis zum Jahre 1885

liess man dieselbe einfach ablaufen. Hagemann und Domeier haben aber zuerst ein Verfahren für deren Verwerthung auf Glycerin gefunden und dieses Verfahren war lange Zeit ausschliesslich und im allergrössten Maassstabe in Verwendung.

Gegenwärtig wird dieses Verfahren neben dem von Scott und insbesondere dem von Jobbins und Van Ruymbeke verwendet, und fast alles Glycerin wird nunmehr durch Destillation gewonnen.

Die Unterlaugen werden vorerst concentrirt; ihre Zusammensetzung ist nach Kingzett:

Wasser	60,97	Proc.
Glycerin	16,52	„
Salze	22,51	„
zusammen	100,00	Proc.

und diese Salze haben nach derselben Quelle die Zusammensetzung:

Natriumchlorid	78,12	Proc.
Natriumsulfat	8,61	„
Unlösliche, anorganische Bestandtheile	0,22	„
Glycerin und organische Bestandtheile	3,55	„
Wasser	7,50	„
Alkali, als Natriumcarbonat berechnet	2,61	„
zusammen	100,61	Proc.

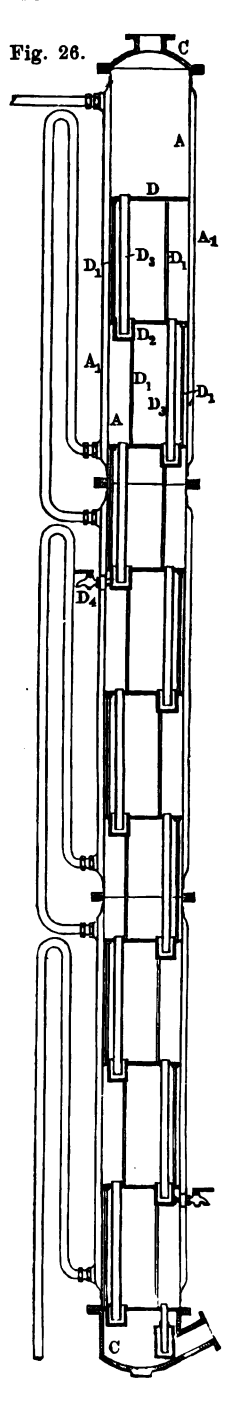
Hagemann versetzt die Unterlaugen mit 1½ Proc. Kalk, scheidet den entstehenden kohlensauren Kalk aus und concentrirt die Lauge bis zu dem Punkte, wo das in demselben enthaltene Salz sich niederzuschlagen beginnt.

In diesem Augenblicke wird Harz zugesetzt, um das Alkali durch Verseifung aufzunehmen, und zwar etwa 10 Proc. mehr als nothwendig wäre. Nach kurzem Kochen ist das Harz in Harzseife verwandelt, welche mit dem nicht verseiften Harze an der Oberfläche schwimmt und durch Abschäumen entfernt wird. Diese Harzseifen werden dann auf gelbe Seifen weiter verarbeitet. Hierauf wird zur Abscheidung der Verunreinigungen von Sulfiden und Cyanverbindungen vorerst Kaolin zugesetzt, um Fette und andere Verunreinigungen niederzuschlagen, sodann Chlorcalcium hinzugefügt, wodurch die schweflige Säure ausgetrieben und der Schwefel niedergeschlagen wird. Sobald kein Niederschlag mehr entsteht, wird die klare Lösung abgezogen und eingedampft.

Die so gewonnene Flüssigkeit wird in Concentrationsapparaten eingedampft und ergiebt dann das Rohglycerin. Bis zu diesem Punkte bleibt die Behandlung der Unterlauge bei allen Systemen so ziemlich dieselbe; erst für die Destillation des Rohglycerins sind verschiedene Apparate construirt worden.

Hagemann und Domeier destilliren in einem cylindrischen Gefässe mit conischem Boden, aus welchem das abgeschiedene Salz

Fig. 26.



durch zeitweiliges Oeffnen eines Verschlusses entfernt wird. Das Glycerin läuft in continuirlichem Strome zu und eine Luftpumpe erhält ein Vacuum über dem Apparate. Mit demselben ist ein Condensationsapparat nach Art einer Colonne verbunden, welcher in Fig. 26 abgebildet ist, und gewöhnlich sind drei solcher Condensationsapparate zu einem Systeme vereinigt.

Der Condensationsapparat besteht aus einer Anzahl von mit einem Wassermantel umgebenen Cylindern A, welche durch Flanschen mit einander verbunden sind. In diesen Cylindern liegen durchbohrte Platten D mit etwa 2 mm grossen Löchern. Jede Platte hat eine Vertiefung D_2, in welche von der nächst höheren Platte ein Ablaufrohr D_3 eintaucht. Dieses Ablaufrohr ragt ein wenig über die obere Platte hinaus, um auf der Platte eine Flüssigkeitsschicht zu erhalten. Die Platten sind unter einander durch Füsse D_1 abgesteift. Hähne D_4 gestatten, das condensirte Product abzuziehen.

Der Apparat ist oben durch einen Deckel C und unten durch ein Bodenstück C geschlossen. In das Einlaufrohr des Bodenstückes des ersten Condensators treten die Glycerin- und Wasserdämpfe ein, gehen durch die Löcher in den Platten, und müssen auf jeder derselben eine dünne Schicht von Flüssigkeit durchdringen.

In dem Maasse, als die Condensation stattfindet, erhalten die ersteren Platten mehr concentrirtes, die entfernteren verdünnteres Glycerin. Das obere Ende des Cylinders ist mit dem unteren Ende des nächsten Condensators verbunden, und so fort, bis bei dem letzten nur mehr Wasserdampf entweicht. Flüchtige organische Verunreinigungen werden in Folge der im Apparate herrschenden hohen Temperatur bis in den letzten Condensator weiter geführt.

E. Scott und Sohn, London, verwenden den in Fig. 27 abgebildeten Multiplex-Destillationsapparat. Bei demselben sind vier Destillationsgefässe mit conischen Böden neben einander angeordnet und mit einander verbunden, nach Art der Dreikörper-Apparate beim Ein-

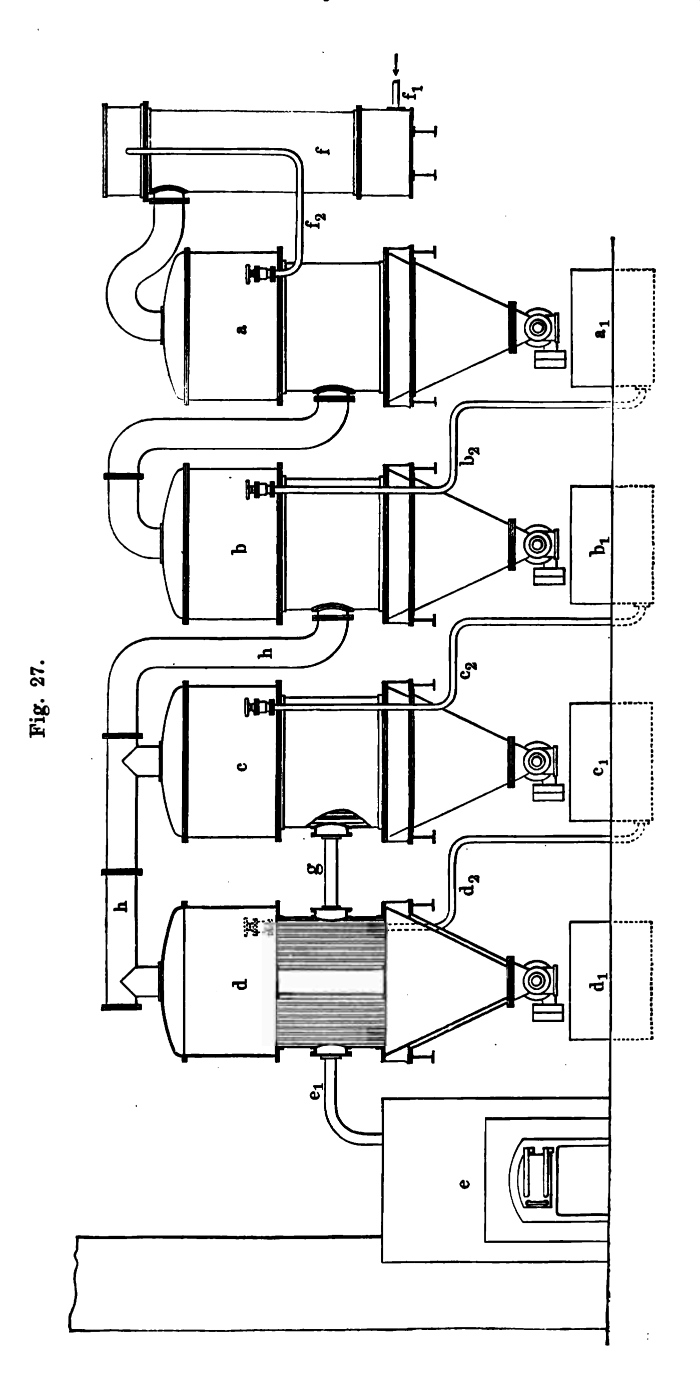


Fig. 27.

dampfen der Zuckersäfte. Die ersten zwei (*d* und *c*) arbeiten mit einem geringeren Vacuum als die nächstfolgenden, so dass die Dämpfe, welche aus denselben austreten, den dritten (*b*) erhitzen, die vom dritten den vierten (*a*) und dann schliesslich in den Condensator *f* gehen.

Eine wesentliche Neuerung bei diesem Apparate ist ein am Boden angeordneter Hahn, welcher die continuirliche Abfuhr des ausgeschiedenen Salzes gestattet.

Der Hahn (Fig. 28 bis 30) besteht aus einem Gehäuse *e*, in welchem sich ein conischer Küken *f* bewegt. Dieser ist mit Aussparungen *g* versehen, welche bei ihrer Drehung sich abwechselnd mit Salz füllen und es am Boden des Hahnes entleeren. Der Hahn wird durch eine Spindel *k* und ein Schneckengetriebe *i* und *j*, welches durch die Riemenscheibe *m* angetrieben wird, in Umdrehung versetzt. Um zu verhindern, dass Luft in die Blase eingerissen werde, ist in einer am Hahngehäuse befestigten Büchse *n* ein Federventil angebracht,

Fig. 28.

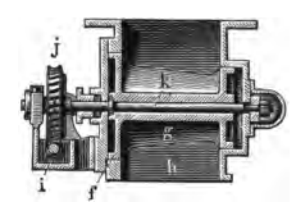


Fig. 29.

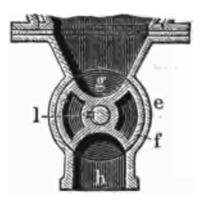
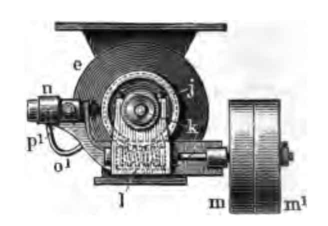


Fig. 30.



welches durch das Rohr o^1 mit dem Gehäuse und durch die Verbindung *p l* mit der Vacuumpumpe verbunden ist.

Jobbins und Van Ruymbeke gehen von dem Gedanken aus, dass in die Destillationsapparate eingeblasener überhitzter Dampf theilweise Zersetzung hervorruft, während gewöhnlicher Dampf durch seine Expansion Wärme absorbirt und deshalb die Destillation verzögert. Sie sehen deshalb zwei Cylinder vor; der eine ist die eigentliche Retorte, der andere der sogenannte Wärmecylinder. Die Retorte enthält einerseits eine von Dampf durchströmte Schlange zur Erwärmung des Inhaltes, andererseits einen durchlöcherten Rohrring, welcher mit dem Erwärmungscylinder in Verbindung ist. Der Erwärmungscylinder enthält gleichfalls eine Rohrschlange, in die von unten Dampf durch ein Rohr von kleinerem Durchmesser einströmt, und dieser Dampf kann durch ein Ventil noch weiter gedrosselt werden. In den Cylinder strömt Dampf frei ein, welcher den in der Rohrschlange zur Ausdehnung und damit in Berührung gebrachten Dampf wieder auf die ursprüngliche Temperatur erwärmt. Hierdurch erreicht man, dass der in die Blase eintretende Dampf sich nur noch ganz unbedeutend ausdehnt und somit ein höherer Wärmeeffect erzielt wird. Der Jobbins und Van Ruymbeke'sche Apparat ist besonders in Amerika sehr verbreitet, ist aber auch neuerlich in England zur Anwendung

gekommen. Um den Rückstand von Salz und Natriumsulfat von anhaftenden organischen Bestandtheilen zu reinigen und zugleich das in grossen Mengen darin enthaltene Glycerin wieder zu gewinnen, versetzen Jobbins und Van Ruymbeke Seifenlauge mit Schwefelsäure oder Salzsäure und mischen dieselbe mit dem Rückstande. Hierdurch werden die Natriumverbindungen in leicht fällbares Natriumsulfat oder Chlorid verwandelt. Die zurückbleibende Lösung wird erwärmt, um das Wasser und die erhaltene Essigsäure auszutreiben, und der Rückstand, welcher neuerlich der Destillation unterworfen werden kann, enthält bis zu 80 Proc. Glycerin.

Für die Zwecke der Nitroglycerinerzeugung wird von dem Glycerin verlangt, dass es ein specifisches Gewicht von mindestens 1,262 habe, dass es ferner frei von Kalk, Schwefelsäure, Chlor und Arsenik sei, dass es mit einer zehnprocentigen Lösung von salpetersaurem Silber zu gleichen Theilen gemischt und im Dunkeln ausgesetzt nach zehn Minuten keine schwarze Trübung zeige. Es soll sich ferner leicht nitriren lassen, und das daraus erzeugte Nitroglycerin sich nach zehn Minuten glatt und ohne Hinterlassung von flockenförmigen Verunreinigungen abscheiden. Es soll ferner, wenn das Nitroglycerin in Wasser gegossen wird, dasselbe sich nicht milchig trüben, und alsbald nach dem Waschen klar werden.

Weiter soll das Glycerin nicht mehr als 0,25 Proc. organische und unorganische Rückstände zusammen, und nicht mehr als 0,10 Proc. unorganische Bestandtheile allein enthalten. Wenn auf der Hand verrieben, soll es keinen unangenehmen Geruch hinterlassen. Ein Geruch nach Caramel jedoch ist nicht nachtheilig, da er gewöhnlich vom Anbrennen in der Retorte herrührt.

Trotz aller dieser Vorschriften und Bedingungen kommt es doch vor, dass manche Glycerine für die Erzeugung von Nitroglycerin deshalb weniger tauglich sind, weil das damit hergestellte Nitroglycerin die englische Wärmeprobe nicht besteht. Die Ursachen dafür sind noch nicht vollständig aufgeklärt.

Die Untersuchung des Nitroglycerins erfolgt am besten in der nachfolgenden Weise:

Das specifische Gewicht wird durch Bestimmung in einem Sprengel'schen Apparate oder in einem Pyknometer bei 15° festgestellt.

Man untersucht ferner qualitativ auf Chlor durch salpetersaures Silber, auf Schwefelsäure durch Chlorbaryum, auf Kalk durch oxalsaures Ammon, macht die vorhin beschriebene Silberprobe, welche die Anwesenheit von Fettsäuren zeigt, und endlich bestimmt man den Rückstand. Dies geschieht, indem man 25 g Glycerin in einer Platinschale abwägt und entweder auf dem Wasserbade oder Sandbade, oder auf einer kleinen Flamme langsam verdampft. Die Verdampfung wird durch Blasen mit einem zugespitzten Glasrohre über die Oberfläche beschleunigt. Bei Verwendung einer offenen Flamme muss man vor-

sichtig erhitzen, weil das Glycerin sonst Feuer fängt und bei einer Temperatur von über 160° sich Acroleïndämpfe entwickeln.

Die frühere Vorschrift war, dass man, sobald der Rückstand ziemlich dick geworden war, die Flamme entfernte und die endgültige Verdampfung in einem Luftbade bei 160°, unterstützt durch ein Vacuum oder ein Aufsatzrohr, vornahm. Einige Versuche von Otto Hehner haben jedoch gezeigt, dass dieser Vorgang nicht genaue Resultate giebt. Der Unterschied wechselte mit der zur Verdampfung gebrachten Menge so bedeutend, dass er beispielsweise von einem tadellosen Glycerin bei 5 g Verdampfung 0,05 Proc. betrug, sobald aber von demselben Glycerin 25 g verdampft wurden, betrug er 0,35 Proc.

Nach directen Mittheilungen von Schalkwijk gelingt es, diesem Uebelstande abzuhelfen, wenn man zum Schlusse wiederholt etwas Wasser in den Rückstand spritzt und dadurch verhindert, dass derselbe verdickt werde. In diesem Falle bleibt die Menge des zur Verdampfung gebrachten Glycerins ohne Einfluss auf den Rückstand, und die ganze Untersuchung ist viel rascher beendigt. Sobald der Rückstand zur Trockne verdampft ist, wird die Platinschale unter dem Exsiccator abgekühlt und gewogen. Der Rückstand ergiebt die Menge der organischen und unorganischen Verunreinigungen zusammengenommen. Hierauf wird die Platinschale geglüht, abermals über dem Exsiccator abgekühlt und gewogen. Der Rückstand ist nun die Menge der anorganischen, und die Gewichtsdifferenz die der organischen Verunreinigungen.

Zur Nitrirung werden 10 g Glycerin in ein Gemenge von $37\frac{1}{2}$ Thln. Salpetersäure von 1,50 specifischem Gewicht und $72\frac{1}{2}$ Thle. Schwefelsäure von 1,840 specifischem Gewichte langsam eingegossen. Das Becherglas wird mit einer Hand in einen Eimer kalten Wassers eingetaucht und während des Einfliessens des Glycerins herumgeschwenkt. Nach erfolgter Nitrirung wird das überstehende Nitroglycerin in einem Scheidetrichter abgenommen und dieses sowohl wie die Rückstandssäure in langen Büretten eine halbe Stunde lang stehen gelassen.

Die Scheidung der Hauptmenge des Nitroglycerins soll, wie vorhin erwähnt, binnen zehn Minuten glatt und ohne flockigen Rückstand stattfinden. Nach halbstündigem Stehen wird sich am Boden des Nitroglycerins etwas Säure, auf der Höhe der abgezogenen Säure in der anderen Bürette etwas Nitroglycerin abgesondert haben. Beide werden von einander geschieden und das gebildete Nitroglycerin wird gemessen. Multiplicirt man die Anzahl der Cubikcentimeter Nitroglycerin mit dem specifischen Gewichte desselben (1,600), so erhält man das Gewicht des Nitroglycerins, welches mindestens 200 Proc. des Glycerins betragen soll.

Glycerin ist im reinen Zustande farblos und geruchlos, von bedeutender Viscosität und neutral. Sein Geschmack ist stark süss. Es kann bis zu 50 Proc. Feuchtigkeit aus der Luft aufnehmen, und im

concentrirten Zustande wirkt es wasserentziehend auf die Haut, was ein starkes Brennen verursacht. Nichtsdestoweniger ist der interessante Fall vorgekommen, dass ein Arbeiter heimlich täglich nahezu ein Viertel Liter Glycerin trank, weil ihm offenbar das Brennen im Magen einen ähnlichen Reiz wie Branntwein ausübte.

Im Allgemeinen kann insbesondere verdünntes Glycerin sehr niedriger Temperatur ausgesetzt werden. Wenn jedoch in unter 0° gebrachtes Glycerin einige Glycerinkrystalle geworfen werden, so gefriert die ganze Masse sofort zu langen monoklinischen Krystallen.

Diese Eigenschaft wurde früher von Sarg in Wien dazu benutzt, um verdünntes Glycerin zu concentriren, indem er dasselbe ausfrieren liess und die Krystalle durch Centrifugen abschleuderte. In Folge dieser Eigenschaft zu gefrieren, ist im Winter das Aufthauen des Glycerins nöthig, weil es in den Fässern fast regelmässig gefriert und, einmal gefroren, selbst wochenlang bei einer Temperatur von 20 und mehr Graden im Freien lagern kann, ohne vollständig aufzuthauen. Man hat deshalb in Dynamitfabriken gewöhnlich besondere Häuser mit Dampfheizung zum Aufthauen des Glycerins eingerichtet, in welche die Fässer einige Tage vor dem Gebrauche eingelagert werden.

Je wärmer das Glycerin, desto dünnflüssiger ist es. Andererseits wird dadurch selbstverständlich sein specifisches Gewicht vermindert, und da, wie wir später sehen werden, das Glycerin selten in den Nitrirapparat eingewogen, sondern meistens gemessen wird, so ist es vortheilhaft, die Temperatur desselben so zu erhalten, dass das specifische Gewicht stets nahezu gleich bleibt und es doch leicht in den Apparat einrinnen kann.

Glycerin ist in Wasser, Alkohol und Aetheralkohol vollständig löslich, dagegen in Aether, Schwefelkohlenstoff, Petroleumäther, Benzol und Chloroform nicht löslich. Es löst Alkalien und viele Salze, aber auch eine Menge anderer Substanzen, wie Jod, Carbolsäure u. s. w. Mit Schwefelsäure vermischt, bildet es Glycerinschwefelsäure, von welcher in dem Boutmy-Faucher'schen Nitroglycerinprocesse Verwendung gemacht wurde.

Mischungsverhältnisse. Im Laufe der Zeit hat sich allmälig das ungefähre Verhältniss von 1 Thl. Glycerin zu 3 Thln. Salpetersäure und 5 Thln. Schwefelsäure herausgebildet. Der chemischen Gleichung entsprechend sollten für 100 Thle. Glycerin 205,43 Salpetersäure nothwendig sein, um 246,74 Thle. Nitroglycerin zu ergeben. In der Praxis ist es jedoch nöthig, das Verhältniss der Salpetersäure höher zu nehmen, weil in der grossen Menge des Säuregemisches die Salpetersäure nicht augenblicklich mit dem Glycerin in Berührung treten kann, und je mehr Nitroglycerin bereits gebildet ist, desto weniger Salpetersäure im Raume wird zur Verfügung stehen. In den besten modernen Fabriken macht man ein Säuregemisch aus 300 Thln. Salpetersäure

von etwa 95 Proc. Monohydrat und 500 Thln. Schwefelsäure von 96 Proc. Monohydrat und nitrirt darin 110 Thle. Glycerin. Die Menge des verwendeten Glycerins wechselt manchmal, weil bei theuren Glycerinpreisen es vortheilhafter sein kann, lieber etwas mehr Salpetersäure zu verwenden, um aus derselben Menge Glycerin eine grössere Nitroglycerinausbeute zu bekommen. Das Ergebniss an Nitroglycerin ist in den besten modernen Fabriken im grossen Jahresdurchschnitte 217 Thle. Nitroglycerin für je 100 Thle. Glycerin. Der Grund, warum das Ergebniss 12 Proc. geringer ist, als das theoretische, liegt darin, dass mit dem fortgesetzten Entstehen von Nitroglycerin immer weniger Salpetersäure in dem Gemische vorhanden ist, wodurch das zum Schlusse durchfliessende Glycerin sich zum grössten Theile in der Schwefelsäure löst und nur selten mit den Salpetersäuremolecülen zusammenkommt.

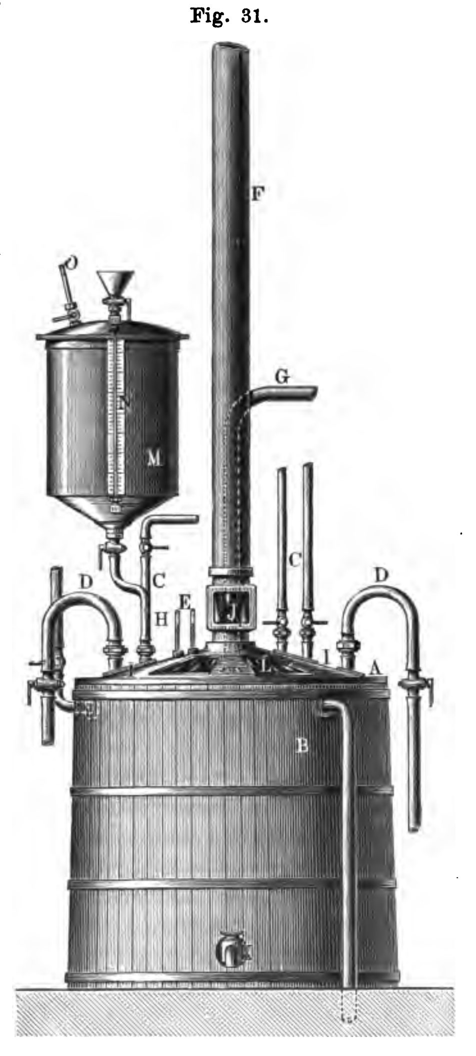
Das Säuregemisch wird in der bei der Schiessbaumwolle erwähnten Weise durch Zufliessenlassen der Schwefelsäure in die Salpetersäure und nachheriges Abkühlen hergestellt.

Nitriren. Während man früher das Nitriren in der allerprimitivsten Weise durch Einstellen eines Porcellantopfes mit dem Säuregemische in einen Kübel kalten Wassers, Einfliessenlassen des Glycerins und Umrühren mit einem Glasstabe herstellte, werden jetzt, wo einzelne Fabriken bis zu 8 000 000 kg im Jahre erzeugen, nur die vollkommensten, auf den Grossbetrieb eingerichteten Apparate verwendet. Ein solcher ist in Fig. 31 abgebildet, und mit geringen Abweichungen sind die Apparate fast überall diesem ähnlich. Er besteht aus einem Bleigefässe *A*, welches in einem hölzernen Bottiche *B* steht, der aber oft wegfällt, und hat eine Anzahl von Luftzuführungsrohren *C*, Kühlschlangen *D*, Thermometer *E*, ein Dunstabzugsrohr *F*, und Einlaufrohre für die Säuren *G* und das Glycerin *H*. Der Deckel *I* kann abgehoben werden, ist jedoch für gewöhnlich mit Cement oder Leinölkitt abgedichtet. Die Verbindungen der Kühlschlangen und überhaupt aller Rohre, welche in den Apparat eintauchen, sind so hergestellt, dass sie jederzeit abgelöst werden können, um den Apparat bei etwa nöthiger Reparatur in kurzer Zeit aus einander nehmen zu können. In dem Dunstabzugsrohre ist eine Laterne *J* oder ein Glas eingeschaltet, mit welchem die Farbe der abziehenden Gase beobachtet werden kann. Das Kühlwasser läuft ohne Unterbrechung sowohl durch die Kühlschlangen, wie in den Zwischenräumen zwischen Blei- und Holzgefäss. Der Boden des Apparates ist an einer Seite höher als an der anderen, und an dem tiefsten Punkte befindet sich ein Stutzen mit eingesetztem thönernem Hahne *K* von etwa 50 mm Bohrung.

Auf dem Deckel des Apparates befinden sich ferner eine Anzahl von Glasscheiben *L* eingesetzt, um die Vorgänge im Inneren des Apparates beobachten zu können. Der Ablaufhahn ist in der Regel mit

mindestens zwei Ablaufleitungen nach Belieben in Verbindung zu setzen. Für gewöhnlich steht er über einer Leitung, welche zu einem Sicherheitsbottiche führt, um im Falle eintretender Gefahr den ganzen Inhalt rasch entleeren zu können. Nach beendigter Operation wird er mit einer nach der Scheidevorrichtung führenden Leitung in Verbindung gebracht. Häufig hat man auch noch eine dritte Leitung vorgesehen, welche im Falle der Reinigung des Apparates benutzt wird. Man lässt nämlich die Waschwässer nach einem besonderen Abscheidungsgefässe fliessen, wo sie von noch anhaftenden Spuren von Nitroglycerin befreit werden.

Fig. 31.



Die Zuführung des Säuregemenges in die Apparate erfolgt von den früher besprochenen Vorrathsgefässen entweder in abgewogenen oder abgemessenen Mengen. Falls die Säure frisch bereitet wurde, so wird sie oft noch 30 bis 40° warm sein. Es ist deshalb nöthig, sie vorher abzukühlen, was am einfachsten durch Zuleitung von comprimirter Luft geschieht.

Die Zuführung des Glycerins erfolgt auf verschiedene Weise. In einfacher Weise kann sie durch eine am Deckel angebrachte kreisförmige Röhre mit einer Anzahl von feinen Löchern erfolgen, wobei das Glycerin in vielen dünnen Strahlen auf die Oberfläche des Säuregemisches auftropft. Der Zufluss wird durch einen Hahn regulirt. — Bei grösseren Apparaten bedient man sich vortheilhaft eines Injectors, welcher durch gepresste Luft betrieben wird. Man bringt den Injector nahe am Boden des Gefässes an und führt die Zuleitungsröhren für das Glycerin und die Luft durch den Apparat hindurch. Der Injector

kann aus Porcellan oder Steingut, oder auch aus Metall bestehen, wenn er sorgfältig mit Blei überzogen ist, immerhin aber wird der Bleiüberzug bald angegriffen und auch die Löthstellen beim Eintritte in den Apparat sind von Uebel. Die Arbeit mit dem Injector hat ferner den Nachtheil, dass durch die Ausdehnung der Arbeit verrichtenden gepressten Luft Kälte erzeugt wird, welche das Glycerin dickflüssig macht und in Folge dessen es in weniger feine Theile zerstäubt in den Apparat bringt. Andererseits erfüllt der Injector mit Vortheil den Zweck, das Glycerin von unten in das Säuregemisch einzuführen, weil dadurch eine sofortige Verwandlung desselben in Nitroglycerin gesichert und nicht zu befürchten ist, dass es sich durch locale Erwärmung, wie dies z. B. beim Auftropfen desselben auf die Oberfläche des Säuregemisches der Fall ist, zersetzen kann.

Die praktischste Zuführung für das Glycerin sind jedenfalls Druckgefässe, wie ein solches in Fig. 31 mit abgebildet ist. Das Glycerin kommt durch einen Fülltrichter in einen schmiedeeisernen, auf entsprechenden Druck geprüften Cylinder *M*, mit einer Ablesevorrichtung *N* für den Flüssigkeitsstand. Gepresste Luft wird durch das Rohr *O* auf das Glycerin eingelassen und dieses fliesst durch ein vom Boden des Gefässes abzweigendes Rohr zum Apparate, in welchen es bis an den Boden durch ein einmal gewundenes, mit feinen Löchern versehenes Rohr eingeführt wird.

Das Glycerin darf in den Apparat nicht mit zu niedriger Temperatur eintreten, weil es sonst dickflüssig ist und sich nicht zertheilt; andererseits darf es nicht zu warm sein, weil sonst die Temperatur des Gemisches zu rasch steigt. Eine Durchschnittstemperatur von 20 bis 25^0 ist am praktischsten. Um diese stets sicher zu erhalten, ist es nothwendig, das Glycerin im Winter in warmen Stuben aufzubewahren, da, wie wir bei der Beschreibung des Glycerins gesehen haben, dasselbe im Winter leicht einfriert und dann nur mit ziemlicher Mühe aufgethaut werden kann. Es ist ferner unvermeidlich, dass sich beim Einfüllen des Glycerins in die Versandtfässer auch Unreinigkeiten, Holzstücke und dergleichen fremde Bestandtheile einfinden, und deshalb ist es zweckmässig, unter den Versandtgefässen beim Ausleeren derselben eine Siebvorrichtung anzubringen. Auch muss für eine gegen Kälte geschützte Zuleitung gesorgt werden, falls die Nitroglycerinwärmestube sich von dem Nitrirhause entfernt befindet.

Wenn man die Temperatur des Glycerins das ganze Jahr hindurch ziemlich gleichmässig erhält, so ist es nicht nöthig, das für eine Charge nöthige Quantum abzuwägen, sondern es genügt, dasselbe aus einem gemessenen Gefässe oder aus einem Gefässe mit Flüssigkeitsstandszeiger einlaufen zu lassen. In letzterem Falle wird die Genauigkeit der Abmessung um so grösser werden, je kleineren Durchmesser und je grössere Höhe das Messgefäss hat.

In manchen Apparaten hat man noch heute eine mechanische

Rührvorrichtung, bestehend aus einer gusseisernen, mit Blei durch Auflöthen sorgfältigst überzogenen Rührschraube, welche von einem Zahnradvorgelege in Umdrehung versetzt wird. Auf die Welle ist eine schwach conische Scheibe aufgelöthet, auf welche das Glycerin rinnt, und in Tropfen herumgeschleudert wird.

Die Nitrirung wird so geleitet, dass die Temperatur des Gemisches trotz der durch Einfliessen des Glycerins entstehenden Wärme nicht über 25° steigt, und fast in allen Fabriken gestattet man nicht, die Temperatur über 30° zu erhöhen.

Früher hat man in Nitrirapparaten mit Zersetzungen und selbst Explosionen viel zu schaffen gehabt. Dies ist bei gut construirten Apparaten wie der vorhin abgebildete nunmehr höchst selten der Fall und nur eine Folge von Unaufmerksamkeit. Die Ursachen der Zersetzung können die folgenden sein: Entweder das Glycerin ist nicht rein; dies wird nunmehr sorgfältigst vermieden, da man tadelloses Glycerin in jeden Mengen kaufen kann. Das Steigen der Temperatur kann man durch vermehrte Kühlung, insbesondere aber durch volles Oeffnen der Hähne für gepresste Luft stets verhindern. Viel öfter kommen Zersetzungen durch schadhafte Bleigefässe oder Kühlschlangen vor. Wenn einmal eine Kühlschlange zerfressen ist und ein noch so feiner Wasserstrahl in das Säuregemisch eintritt, so findet eine Zersetzung augenblicklich statt. Man prüft deshalb sorgfältig mindestens einmal täglich sowohl die Kühlschlangen, wie die Bleigefässe, und lässt den Apparat über Nacht unter Druck, so dass eine etwa schadhafte Stelle sich am Morgen vor Beginn der Arbeit durch das angesammelte Wasser verräth. Das zur Herstellung von Apparaten fast ausschliesslich verwendete Blei wird durch die Säuren allmälig angegriffen. Das an den Wänden in grossen Blättern sich anlegende Bleisulfat ist sehr porös und nimmt viel Salpetersäurereste auf. Wenn es dann allmälig abspringt, so werden die Rohre nicht nur mit der Zeit mehr und mehr angegriffen, sondern es leidet auch die Stabilität des Nitroglycerins in Folge der schwer entfernbaren Salpetersäurereste.

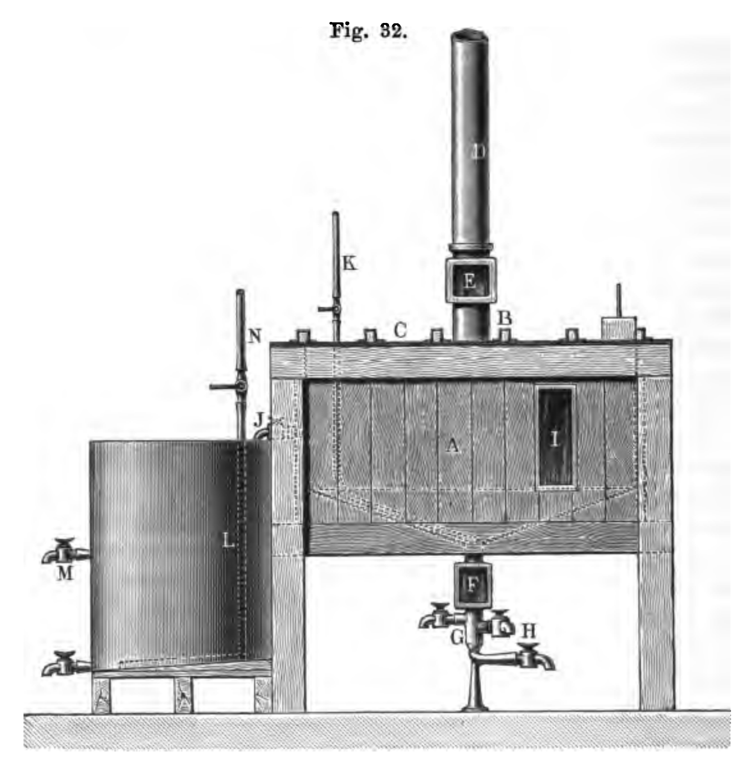
Güttler in Jessen hat in neuerer Zeit zum Nitriren von Nitrocellulose Apparate aus genietetem Aluminiumbleche verwendet, und es ist wahrscheinlich, dass früher oder später damit Versuche für Nitroglycerin gemacht werden dürften, welche voraussichtlich günstig ausfallen werden, da Aluminium von dem Säuregemische nur in ganz unbedeutendem Maasse angegriffen wird.

Die Dauer der Nitrirung hängt von der Menge des verwendeten Glycerins ab. 100 kg Glycerin lassen sich in 20 bis 25 Minuten bequem nitriren, wenn die Temperatur des Kühlwassers 20° beträgt.

Scheidung. Nitroglycerin hat ein specifisches Gewicht von 1,6, Abfallsäure ein solches von 1,7. Auf diesem Unterschiede der specifischen Gewichte beruht die Trennung des Nitroglycerins von den Ab-

fallsäuren. Früher hat man das gesammte Nitrirgemisch einfach in Wasser laufen lassen, wobei das Nitroglycerin zu Boden fiel und dann gewaschen wurde. Gegenwärtig legt man aber den Abfallsäuren grossen Werth bei, und auch die Verunreinigung der Wasserläufe ist nunmehr ängstlich ausgeschlossen. Deshalb wird allgemein die sogenannte indirecte Scheidung, nämlich das Absitzenlassen und Decantiren, benutzt. Die Scheidung erfolgt in einem einfachen Apparate, welcher in Fig. 32 abgebildet ist. Es ist dies ein viereckiges oder rundes Gefäss *A* aus Bleiblech mit einem conischen Boden, der unterhalb eine

Fig. 32.



Anzahl von Hähnen, manchmal auch eine Laterne *F* oder ein Glasrohr zur Beobachtung des Ablaufes trägt. An Querstäben *B* sind Bleiplatten *C* mit eingelassenen Glasscheiben als Deckel vorgesehen. Ein Thermometer, sowie ein Rohr *K* für die Einführung von gepresster Luft gehen durch den Deckel, während an der Seite eine Glasscheibe *I* eingesetzt ist, um die erfolgte Scheidung beobachten zu können. Ungefähr in der Höhe, wo die Trennungslinie zwischen Nitroglycerin und Salpetersäure bei normalem Gange erscheint, ist ein Ablasshahn *J* angebracht, um das Nitroglycerin in Waschbottiche abführen zu können.

Die Scheidung erfolgt bei Verwendung von gutem Glycerin und hoch concentrirten Säuren innerhalb einer halben Stunde. Sie wird verzögert durch schleimige oder sonstige Unreinigkeiten im Glycerin, durch Bleisulfat in grösseren Mengen, und falls irgend welche andere Körper im Nitrirgemenge suspendirt sind, weil diese an dem öligen Nitroglycerin haften und einen schwer trennbaren Contact zwischen demselben und dem Säuregemenge herstellen. Bei gutem Glycerin zeigt sich eine vollständig scharfe Trennungslinie zwischen dem milchigen Säuregemische und dem klaren Nitroglycerin.

Nachdem fast alles Nitroglycerin durch den Hahn *J* abgenommen ist, lässt man durch einen der am Boden der Laterne befindlichen Hähne die Abfallsäure nach dem Locale für die Nachscheidung laufen, bis in der Laterne ein schmutziges, getrübtes Gemenge von niedrigen Nitroproducten und Unreinigkeiten erscheint. In diesem Augenblicke sperrt man den Hahn ab, entnimmt den Rest durch den tiefer stehenden Hahn *H* und giebt ihn in die Waschgefässe.

Wie erwähnt, läuft das Nitroglycerin in den Waschbottich *L*, welcher gleichfalls aus Bleiblech hergestellt ist und einen geneigten Boden hat. In denselben mündet ein Luftzuführungsrohr *N*. Wenn das Nitroglycerin einfliesst, befindet sich in dem Bottiche bereits eine entsprechende Menge Wasser. Das allmälig zufliessende Nitroglycerin erwärmt das Wasser, wird aber durch die einströmende Pressluft in fortwährender Bewegung erhalten und zugleich gekühlt. Die Temperatur in dem Waschbottiche darf auch nicht über 30^0 steigen, soll aber nicht unter 8^0 gelangen, weil sonst das Nitroglycerin an den Wänden des Gefässes und dem Boden frieren würde und in Folge der eingeschlossenen Säuren zu Zersetzungen Anlass geben könnte. Das Nitroglycerin wird in diesem Bottiche wiederholt gewaschen und das sich rasch abscheidende Wasser durch den oberen Hahn *M* entleert. Nachdem es so fast alle Säure verloren hat, giebt man etwas Sodalösung hinzu, um die Säure vollständig zu neutralisiren und sendet dann das Ganze zur endgültigen Waschung in das sogenannte Filterhaus.

Im Filterhause wird das Nitroglycerin einer gründlichen Waschung unterzogen. Die Waschgefässe sind gewöhnlich hölzerne, mit Blei verkleidete Bottiche mit einem Hahne an der tiefsten Stelle zur Entleerung des Nitroglycerins und einem zweiten oberhalb des höchsten Standes des Nitroglycerins zum Abziehen des Waschwassers. In den Bottich reicht ein auf dem Boden zu einer durchlöcherten Schlange ausgebildetes Bleirohr behufs Zuführung von gepresster Luft und ein Einlaufrohr für frisches Wasser.

In der Nobel'schen Dynamitfabrik zu Ardeer in Schottland und in der königlichen Pulverfabrik von Waltham-Abbey hat man einen Waschbottich, wie er in Fig. 33 (a. f. S.) und 34 (a. S. 129) abgebildet ist. Der Bottich ist von der üblichen Construction, hat jedoch einen

cylindrischen Aufsatz C zur Verhütung von Umherspritzen, welcher sich mit einem angelötheten Rande D auf den hölzernen Bottich legt. Durch den Hahn E wird das Nitroglycerin entfernt, dagegen das Wasser durch den Trichterheber F, welcher mit dem Schlauche G und Stutzen H durch die Seitenwand des Gefässes hindurch mit einem Hahne I in Verbindung steht. Der Trichterheber hängt an einem über eine Rolle laufenden Seile, welches von einem Gegengewichte ge-

Fig. 33.



halten wird. Soll das Wasser abgezogen werden, so senkt man den Trichter allmälig herab.

Eine am 7. Mai 1894 in Waltham-Abbey stattgefundene Explosion, mit deren Untersuchung auch der Verfasser betraut wurde, konnte zweifellos auf das plötzliche Fallenlassen des aus Blei hergestellten Trichterhebers und auf das durch die Erwärmung auf 50° noch viel empfindlichere Nitroglycerin zurückgeführt werden. Man hat nun den Apparat in Waltham-Abbey insofern verändert, dass der Bottich nun-

mehr höher und ohne Aufsatz, der Trichterheber aber aus dünnem Messingbleche hergestellt ist und mit seinem Seile stets durch ein Gegengewicht nach oben gezogen wird. Will der Arbeiter nun den Trichter handhaben, so bedarf es nur eines geringen Zuges. Wo man es mit ungleich grossen Ergebnissen und Chargen zu thun hat, ist eine derartige Abschöpfvorrichtung nicht ohne Vortheil, und man ist in Waltham-Abbey damit offenbar sehr zufrieden.

Allgemeine Vorschriften über die Dauer und die Anzahl der Waschungen des Nitroglycerins können nicht gegeben werden. Die Hauptbedingung ist, dass das Nitroglycerin nach dem Waschen sämmtliche vorgeschriebenen Proben bestehe. Diese Proben aber wechseln in den verschiedenen Ländern. Wo insbesondere die Wärmeprobe

Fig. 34.

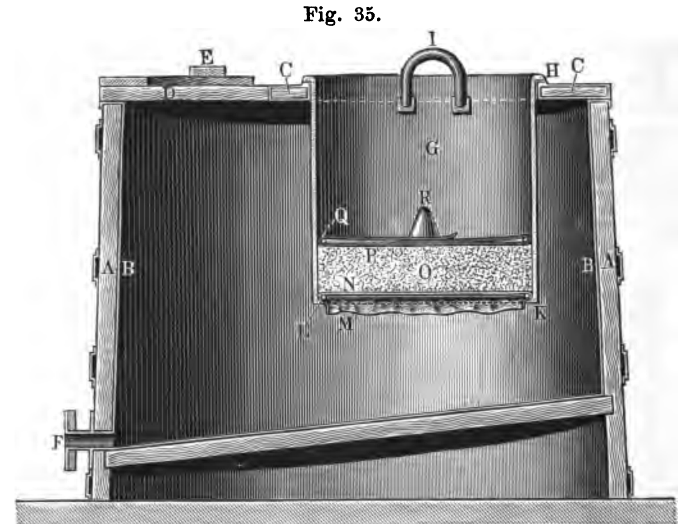


sehr hoch ist, da muss sehr häufig gewaschen werden und unter Umständen mit verdünnter Sodalösung nachgeholfen werden. In Waltham-Abbey z. B. wird das Nitroglycerin mit Sodalösung gewaschen, die so geregelt wird, dass zum Schlusse nicht mehr als 0,01 Proc. Alkali in dem fertig gestellten Nitroglycerin enthalten ist. In anderen Fabriken, wo weniger strenge Vorschriften gegeben sind, wird überhaupt nur mit kaltem Wasser gewaschen, und wenn von dem Nitroglycerin keine höhere Stabilität als zehn Minuten bei 75° C. verlangt wird, so ist dies auch genügend.

Das gewaschene Nitroglycerin muss filtrirt werden, weil es eine Menge schleimiger Bestandtheile, Sodaschlamm und sonstige zufällige Verunreinigungen, enthalten mag. Am einfachsten und üblichsten ist es, mit Flanell oder Filz bespannte Rahmen entweder einzeln oder zu

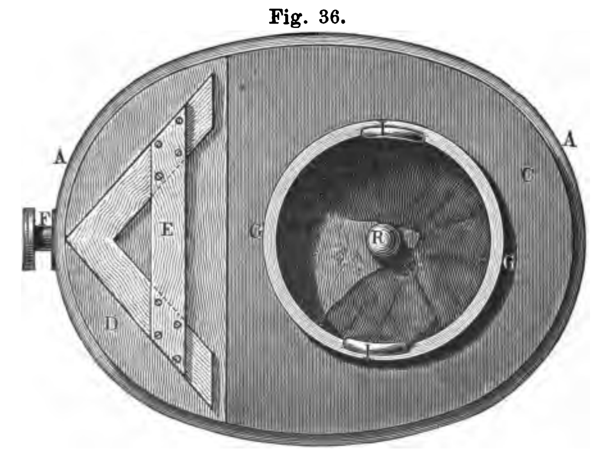
zweien über einander auf ein Vorrathsgefäss zu legen und das Nitroglycerin allmälig durchrinnen zu lassen. In vielen Fabriken giebt man auf das Filter eine Schicht von getrocknetem Kochsalze, um das noch in dem Nitroglycerin enthaltene Wasser aufzusaugen; nach mehr-

Fig. 35.



maliger Benutzung wird sie herabgenommen und in Wasser gelöst, um das aufgesogene Nitroglycerin wieder zu gewinnen. In anderen

Fig. 36.



Fabriken giebt man kleine gebrochene Glasstücke auf das Filter, um die schleimigen Bestandtheile zurückzuhalten und so das Filter weniger rasch zu verstopfen.

In Ardeer und Waltham-Abbey hat man zum Filtriren des Nitroglycerins einen in Fig. 35 im Querschnitte und in Fig. 36 im Grund-

risse gezeichneten Filtrirapparat. Derselbe besteht aus einem hölzernen Bottiche *A* mit abgeschrägtem Boden, welcher mit Blei *B* verkleidet ist. Etwa zwei Drittel des oberen Theiles sind mit einem mit Blei überzogenen Holzdeckel *C* permanent bedeckt; der übrige Theil ist mit einem beweglichen Holzdeckel *D*, der durch einen Handgriff *E* gehoben werden kann, geschlossen. Ein Hahn *F* am Boden dient zum Ablassen des Nitroglycerins. In den mit Blei verkleideten Deckel ist eine runde Oeffnung gelassen, in welche sich ein Bleicylinder *G* einsetzen lässt. Derselbe hat oben einen Rand *H*, mit dem er sich auf den Deckel auflegt, und zwei Handhaben *I*, an denen er gehoben werden kann. An dem unteren Theile hat er einen nach innen eingebogenen Rand *K* behufs Auflagerung der Filter. Das Filter besteht aus einem Bronzeringe *L*, über welchen ein Drahtsieb *M* gespannt ist, und darüber legt sich ein Filtertuch *N*. Auf das Ganze kommt eine Schichte von Kochsalz *O* und darüber wieder ein Filtertuch *P*, welches durch einen Bleiring *Q* gespannt ist. Das obere Filtertuch wird umgeschlagen und durch ein conisches Bleigewicht *R* auf seinem Platze erhalten.

Einfacher kann man die vollständige Befreiung des Nitroglycerins von Wasser dadurch erzielen, dass man es in einem auf etwa 25 bis 30^0 erwärmten Locale ein bis zwei Tage lang stehen lässt, wodurch sich das Wasser vollständig abscheidet.

Das Boutmy-Faucher'sche Verfahren zur Erzeugung von Nitroglycerin. Es ist nöthig, hier ein Verfahren von Boutmy und Faucher zu erwähnen, welches in den Jahren 1872 und 1875 in versiegeltem Schreiben bei der Akademie der Wissenschaften in Paris hinterlegt wurde und seiner Zeit viel Aufsehen erregte.

Der Hauptzweck, welchen Boutmy und Faucher verfolgten, war, die bei dem Nitrirungsprocesse entwickelte Wärme in mehrere Stufen aufzutheilen und auf diese Weise die früher unzweifelhaft, jedoch aus anderen Gründen, entstandene Gefahr beim Nitriren zu vermeiden. Boutmy und Faucher erzeugten zuerst ein Gemenge von Salpetersäure und Schwefelsäure, dann ein Gemenge von Schwefelsäure und Glycerin und nitrirten, indem sie die beiden Mischungen auf einander reagiren liessen. Boutmy und Faucher's Verfahren war in der französischen Fabrik Vonges seit dem Jahre 1872 eingeführt; es ist aber nicht bekannt, ob dasselbe noch jetzt daselbst im Gebrauche ist. Auch die Explosives-Company in Pembrey in Wales hat eine Zeit lang nach diesem Verfahren gearbeitet, dies führte jedoch zu einer bedeutenden Explosion, in deren Folge das Verfahren aufgegeben wurde. Der grosse Nachtheil dieses Verfahrens war, dass die Scheidung des Nitroglycerins von den Säuren nur äusserst langsam vor sich ging, weil in Folge der Einwirkung der Schwefelsäure auf das Glycerin theilweise Verkohlung der Verunreinigungen im Glycerin stattfand, die

auf die Scheidung nachtheilig einwirkte. Durch den hierdurch nothwendigerweise längeren Contact der Säuren mit dem Glycerin war eine viel grössere Gefahr heraufbeschworen, als die, welche man vermeiden wollte.

Nachscheidung. Wir haben bei der ersten Scheidung erwähnt, dass die Säuren in die sogenannte Nachscheidung abgelassen werden. Diese Säuren enthalten stets etwas Glycerin, dessen Menge von der Qualität des zur Nitrirung verwendeten Glycerins und der leichteren oder schwierigeren Scheidung abhängt. Ausserdem bildet sich stets bei längerem Stehen noch etwas Nitroglycerin und auch niedrige Nitroproducte. Letztere besitzen nur geringe Stabilität und sind zur Zersetzung geneigt.

Es wäre ganz gut möglich, diese Abfallsäure sofort zur Denitrirung zu bringen, allein es bleibt die Gefahr vorhanden, dass sich auf dem Denitrirapparate Nitroglycerintröpfchen ansammeln, auch wird es wohl keiner Fabrik möglich sein, immer so rasch zu denitriren, als Nitroglycerin erzeugt wird, und eine Anhäufung von Abfallsäure vollständig zu vermeiden. Man zieht es deshalb vor, eine sogenannte Nachscheidung einzurichten. Dieselbe besteht aus einer Anzahl grosser, etwa 2000 kg Abfallsäure enthaltender Bleigefässe, die meist in einem hölzernen Bottiche stehen und mit Wasser von aussen bespült werden. Die Gefässe haben einen conischen Deckel, der an der Spitze eine Glasröhre zur Beobachtung des Flüssigkeitsstandes trägt und dieses Glasrohr ist mit einem Abzugsrohre für die Gase verbunden. An der Spitze des Deckels befindet sich ferner ein Ablasshahn, oder manchmal ist derselbe auch in das Glasrohr eingeschliffen. In den Nachscheideapparat führt ferner ein durchlöchertes Bleirohr zur Einführung von comprimirter Luft, und meist auch eine oder mehrere Kühlschlangen aus Blei. Der Boden ist schräg, und an der tiefsten Stelle ist ein grosser Ablasshahn, der für gewöhnlich mit einem Sicherheitsbottiche, sonst aber mit der nach dem Vorrathsgefässe für die Abfallsäure führenden Leitung in Verbindung steht.

In England hat man in einigen Fabriken ganz einfache Bleigefässe mit conischem Deckel und Glasrohr, jedoch ohne äusseren Mantel und ohne Kühlschlange, und findet, dass auch in diesen die Nachscheidung ohne besondere Umstände vor sich geht. Der Apparat wird mit Abfallsäure bis etwa zur halben Höhe des Glasrohres gefüllt und der Ruhe überlassen. Sowie sich das abgeschiedene Nitroglycerin oder sonstige Verunreinigungen bilden, zeigen sie sich in dem Glasrohre und werden von dort abgelassen. Das abgezogene Nitroglycerin wird sofort in ein bereitstehendes Gefäss mit Wasser gebracht, daselbst gewaschen und kommt in das Filtrirhaus zurück.

Zersetzungen in solchen Apparaten treten nur allmälig ein, es wäre denn, dass eine der Bleischlangen ein Leck hätte. In den meisten

Fällen lassen sich dieselben durch Kühlung mit Wasser und Rühren mit Luft stundenlang hintanhalten.

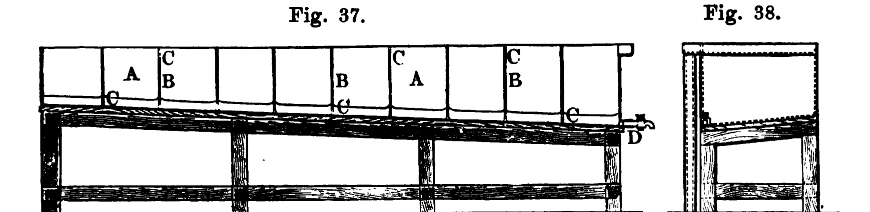
Nach erfolgter Nachscheidung kommt die Abfallsäure in Vorrathsgefässe aus Blei oder Gusseisen. Es ist besser, dieselbe offen unter Dach zu stellen, da sie, wie alle Mischsäuren, manchmal in Zersetzung geräth. Diese erfolgt unter Entwickelung von dicken, braunrothen Dämpfen, bis alle Salpetersäure vertrieben ist.

Es kommt manchmal vor, dass eine Fabrik die Nachscheidung vermeiden will und für die bei der Denitrirung wiedergewonnene schwache Salpetersäure keine Verwendung hat. In diesem Falle hat man ein, wenn auch barbarisches, so doch wirksames Verfahren. Die Säure kommt nämlich in einen im Freien stehenden Bleibottich, an dessen Rande ein kippbares Wassergefäss steht. Ein Arbeiter zieht aus einiger Entfernung an einem Stricke, kippt dadurch das Wassergefäss um und dies zersetzt die Abfallsäure. In wenigen Minuten hat die Entwickelung von Salpetersäure aufgehört und die Schwefelsäure kann ohne Weiteres in Glasballons aufbewahrt werden, um später zur Concentration zu gelangen.

Behandlung der Waschwässer und Sicherheitsbottiche. Aus den verschiedenen Apparaten und Gefässen bei der Nitroglycerinerzeugung kommen grosse Mengen von Waschwasser, welche mitunter ganz bedeutende Mengen von Glycerin mit sich führen. Die von der Scheidung sind gewöhnlich sauer, die von der endgültigen Waschung meist alkalisch.

Immerhin ist die Menge des Alkalis nicht genügend, um die gesammte Säure zu neutralisiren. Die Waschwässer führen ferner allen

Fig. 37. Fig. 38.



Sodaschlamm mit sich. Es ist nun nothwendig, diese Waschwässer vollständig von Nitroglycerin zu befreien, und zu diesem Zwecke hat man entweder bei jedem einzelnen Gebäude eine Auffangvorrichtung vorgesehen, oder man behandelt in zweckmässiger Weise die gesammten Waschwässer in einem besonderen Gebäude.

Die Vorrichtungen für die Abscheidung des Nitroglycerins aus den Waschwässern sind allgemein Ueberlaufvorrichtungen (Labyrinthe — trop pleins). Es sind dies länglich-viereckige Bleigefässe *A* (Fig. 37 u. 38), welche durch Querwände *B* in eine Anzahl von Abtheilungen

getheilt sind. Die Querwände haben abwechselnd unten und oben Löcher *C*, durch welche das Wasser im Schlangenwege auf- und absteigt und auf seinem Wege das Nitroglycerin fallen lässt. Dieses wird sodann durch einen Hahn *D* von Zeit zu Zeit entfernt, während die von demselben befreiten Waschwässer in eine Sickergrube oder in einen Ablaufcanal gehen. Es ist vortheilhaft, solchen Ueberlaufgefässen der Länge und Breite nach eine Neigung zu geben, weil dadurch das gesammte Nitroglycerin an der tiefsten Linie des Apparates sich ansammelt und leichter entfernt werden kann. Das hier gewonnene Nitroglycerin wird gewaschen und ins Filterhaus gebracht. Da die Waschwässer gewöhnlich sauer sind, so leiden die Bleiapparate in ziemlich bedeutendem Maasse und erfordern häufige Reparaturen.

Um bei etwaigen Zersetzungen in den Nitrir- und Scheideapparaten den Inhalt derselben rasch unschädlich machen zu können, sieht man Sicherheitsbottiche vor, welche entweder aus Cement oder Steinmauerwerk hergestellte Gruben sind oder bleierne Bottiche, die nach Art der Schwefelsäurekammern in hölzernen Gestellen aufgebaut sind. Die Sicherheitsbottiche werden stets etwa zur Hälfte mit Wasser gefüllt erhalten und manchmal haben sie auch Luftrührung, um die etwa einlaufende Charge fortwährend in Bewegung zu erhalten. Derlei Sicherheitsbottiche finden sich manchmal unter dem Apparate, doch werden sie meist ausserhalb der Gebäude angebracht.

Anlage von Nitroglycerinfabriken. Die Fabriken für die Erzeugung von Nitroglycerin und daraus hergestellten Sprengmitteln werden im Allgemeinen unter Beobachtung derselben Vorschriften eingerichtet, wie Pulverfabriken.

Fast in allen Ländern gilt es als Regel, dass die Gebäude aus leichtem Holzfachwerke hergestellt und dass die einzelnen Operationen von einander getrennt werden müssen. Der Fussboden soll möglichst dicht hergestellt sein, und es war früher vorgeschrieben, dass derselbe mit Sand oder Kieselguhr bedeckt sein sollte. In Ardeer, wo das ganze Terrain aus feinem Dünensande besteht, hat man keinen Fussboden, sondern bedeckt den Boden mit dem Sande und entfernt von Zeit zu Zeit die oberste Schicht. Wo mit Säure oder Nitroglycerin hantirt wird, ist es allgemein üblich, den Fussboden aus Bleiblech mit einem etwa 1 cm hohen Rande herzustellen, jedoch ist es nach einem Vorschlage des Verfassers noch sicherer, den Rand so hoch zu machen, dass, wenn ein Hahn bricht oder falls aus sonst einer Ursache ein Gefäss lecken sollte, die durch den Fussboden gebildete Tasse den ganzen Inhalt des Apparates fassen kann, wodurch eine Beschädigung des Gebäudes vermieden wird.

Wo man mit nicht abtropfbaren Gemischen zu thun hat, genügt es, den Fussboden aus dicht gefügten und glatt gehobelten Brettern zu machen oder mit Linoleum zu belegen.

Von grosser Wichtigkeit sind die Leitungen für das Nitroglycerin und die Säuren von einem Gebäude zum anderen. Da es bei gross angelegten Fabriken nicht möglich ist, diese Flüssigkeiten zu transportiren und eine Zersetzung unterwegs durchaus nicht ausgeschlossen ist, so hat man schon frühzeitig die einzelnen Gebäude mit Röhren verbunden. Wegen der Unmöglichkeit, dieselben zu reinigen, macht man jetzt ausschliesslich offene Gerinne aus Bleiblech, die entweder auf entsprechenden Tragstützen frei stehen oder in gedeckten Verbindungsgängen sich befinden. Derlei Leitungen werden für Säureleitungen aus 10 mm starkem, für Nitroglycerinleitungen aus 5 mm starkem Bleibleche in der Form eines V oder eines Halbkreises abgebogen und müssen vollkommen genau in gleichmässig ebener Neigung gelegt sein. Zu diesem Zwecke giebt man sie am besten auf eine entsprechende Unterlage aus Brettern oder, wo im Winter grosse Kälte herrscht, in mit Wärmeschutzmitteln angefüllte, von Tragstütze zu Tragstütze sich hinziehende Kisten. Um das Einfallen von fremden Körpern zu verhindern, sind die Säureleitungen mit Bleideckeln, die anderen mit Holzdeckeln versehen.

Verbindungsgänge haben den Vortheil, dass sie mit Dampfröhren versehen werden können, um vollständiges Einfrieren zu verhindern. Der Verfasser hat bei derlei Rinnen in den oberen Theil ein Bleirohr gelegt, durch welches warmes Wasser circulirt und auch dies verhindert in der einfachsten Weise das Einfrieren. In Folge der Ausdehnung durch Temperaturwechsel erhalten diese Bleileitungen manchmal Risse und deshalb müssen sie in häufigen Zwischenräumen von einem Bleilöther sorgfältigst geprüft werden. Auch ist es selbstverständlich, dass sie sehr häufig gründlich gereinigt werden müssen.

Solche Verbindungsleitungen bringen im Falle einer Explosion die Gefahr mit sich, dass die Explosion von einem Gebäude zum anderen sich fortpflanze, und eine in San Francisco stattgehabte Explosion hat dies besonders auffällig dargestellt. Abgesehen davon, dass man diese Leitungen stets sorgfältig verschlossen hält, hat man in Waltham-Abbey den Plan eingeführt, dass man die Leitung auf einer Stelle unterwegs auf mehrere Meter vollständig unterbricht und ein Wassergefäss einschaltet, so dass die Explosion nicht weiter verpflanzt werden kann. Die Gebäude in einer Nitroglycerinfabrik werden gewöhnlich an einem Abhange aufgestellt oder so construirt, dass die in dem Gebäude erzeugten Chargen durch natürlichen Fall in das nächst tiefer gelegene zur weiteren Behandlung gelangen können.

Eigenschaften des Nitroglycerins. Reines Nitroglycerin, d. h. aus vollkommen gebleichter Salpetersäure, chemisch reiner Schwefelsäure und vollkommen weissem Glycerin unter Vermeidung jeder Temperaturerhöhung hergestelltes Nitroglycerin ist eine wasserhelle, ölige Flüssigkeit, ohne Geruch bei gewöhnlicher Temperatur. Das im

Grossen hergestellte Nitroglycerin hat jedoch eine zwischen Weingelb und Schmutziggelb wechselnde Farbe. Wenn sorgfältig gewaschen und vom Wasser befreit, ist das Nitroglycerin durchsichtig. Es hat einen süsslich brennenden Geschmack und ist sehr giftig. Schuchard hat über die an sich selbst wahrgenommenen Symptome Mittheilung gemacht. Ein Tropfen, welchen er verschluckte, bewirkte Kopfschmerzen, Schwindel, Mattigkeit. In höherem Grade zeigten sich die Wirkungen, als er aus Unvorsichtigkeit mehr Nitroglycerin in den Schlund bekommen hatte; Bewusstlosigkeit wechselte ab mit Schüttelfrost.

Bei der Herstellung des Nitroglycerins kommen hauptsächlich die Fälle in Betracht, wo dasselbe mit der Haut, und insbesondere mit den Drüsen der Nasen- und Mundschleimhäute in Berührung kommt, besonders wenn das Nitroglycerin über 30^0 erwärmt wird. In letzterem Falle entwickelt es einen eigenthümlichen Geruch in Folge von Verflüchtigung und wirkt ebenso giftig, wenn auch in geringerem Maasse. Sehr nervöse, aber auch sehr robuste Leute scheinen gegen die Wirkungen von Nitroglycerin empfindlicher zu sein, als Leute von normaler Constitution. Manche Personen entziehen sich den Wirkungen desselben niemals, jedoch in den meisten Fällen haben sich die Arbeiter innerhalb ein bis zwei Tagen so vollständig an die Hantirung mit Nitroglycerin gewöhnt, dass sie davon nichts mehr fühlen. Die hauptsächlichste Wirkung ist gewöhnlich die eines heftigen Kopfschmerzes, insbesondere im Hinterhaupte, und als Gegenmittel werden kalte Umschläge auf den Kopf und in den Nacken, frische Luft, auch Trinken von schwarzem Kaffee, und insbesondere Morphiumacetat (nach Vorschrift eines Arztes) empfohlen. Schuchard ist überzeugt, dass Sprengöl die Haut durchdringe und mit dem Blute Zersetzung erleide (vielleicht unter Stickoxydbildung).

Nach Werber lässt sich die geringste Menge Nitroglycerin durch sein Verhalten zu Anilin und concentrirter Schwefelsäure nachweisen. Nach Zusetzung beider entsteht eine purpurrothe Färbung, welche durch Wasser in Grün übergeht.

Das specifische Gewicht des Nitroglycerins ist 1,60. Nach Beckerhinn ist dasselbe genau 1,599, gefrorenes Nitroglycerin hat ein solches von 1,735, und es zieht sich beim Gefrieren um $^{10}/_{121}$ seines Volumens zusammen.

Nitroglycerin löst sich in Alkohol, Aether, Holzgeist, Benzol u. s. w. In Wasser ist es nur in äusserst geringem Maasse löslich (etwa 0,003 Proc.). Berthelot sagt zwar, dass es in Gegenwart einer genügenden Menge von Wasser vollständig löslich sein und deshalb nicht lange in fliessendem Wasser sich befinden soll, doch scheint dies nicht mit den Erfahrungen der Praxis übereinzustimmen, es müsste denn eine fortwährende Erneuerung des Wassers stattfinden, und bei einer einigermaassen grossen Quantität fortwährendes Umrühren durch Monate hierzu nöthig sein.

A. H. Elliot (School of mines Quarterly, Vol. IV, p. 15) hat die Löslichkeit des Nitroglycerins in verschiedenen Lösungsmitteln untersucht, und zwar sowohl kalt (bei gewöhnlicher Temperatur), wie warm (durch Einstecken eines Probirglases in kochendes Wasser). Er erhielt folgende Ergebnisse:

Lösungsmittel	Kalt	Warm
Wasser	unlöslich	ein wenig löslich
Absoluter Alkohol	löslich	löslich
93 procentiger Alkohol	"	"
80 " "	langsam löslich	"
50 " "	unlöslich	ein wenig löslich
Aether	löslich	löslich
Chloroform	"	"
Benzol	"	"
Schwefelkohlenstoff	unlöslich	theilweise angegriffen
Concentrirte Schwefelsäure	löslich	löslich
Eisessig	"	"
Terpentin	unlöslich	"
Holzgeist	löslich	"
Amylalkohol	"	"
Carbolsäure	"	"
Nitrobenzol	"	"
Toluol	"	"
Petroleumnaphta (71 bis 76° B.)	unlöslich	unlöslich
Astralöl	"	"
Mineralfett (Vaseline)	"	"
Olivenöl	löslich	löslich
Stearinöl	"	"
Aetznatronlösung 1 : 10	unlöslich	unlöslich
Ammonhydrat 0,98 spec. Gew.	"	unlöslich, ein wenig angegriffen
Salpetersäure 1,4 spec. Gew.	langsam löslich	löslich
Salzsäure 1,2 spec. Gew.	unlöslich, langsam zersetzt	langsam löslich
Zinnchlorürlösung	ein wenig angegriffen	angegriffen
Eisenvitriollösung	"	"
Ammoniumsulfhydrat	unlöslich, Schwefel allmälig abgeschieden	zersetzt
Eisenchlorid, 1,4 g Fe in 10 ccm	langsam angegriffen	"
Borax, 5 procentige Lösung	unlöslich	unlöslich
Essigäther	löslich	löslich
Aceton	"	"
Glycerin	unlöslich	unlöslich

Bei + 8° gefriert das Nitroglycerin zu langen, weisslichen Krystallen, wobei es seine Eigenschaften wesentlich verändert; es thaut

erst bei 11° wieder auf. Die angegebenen Temperaturen gelten aber nur für länger fortgesetzte Exponirung. Versuche des Verfassers haben gezeigt, dass reines Nitroglycerin, wenn plötzlich einer durch Kältemischung erzeugten Temperatur von — 25° ausgesetzt, selbst nach Stunden noch nicht gefroren war. Wenn jedoch in dermaassen abgekühltes Nitroglycerin ein auch noch so kleiner Nitroglycerinkrystall geworfen wurde, so fror die gesammte Masse fast augenblicklich zusammen. Ebenso dauert das Aufthauen des Nitroglycerins längere Zeit, soll aber bei keiner höheren Temperatur als 50° bewirkt werden.

Im gefrorenen Zustande ist das Nitroglycerin gegen Schlag weniger empfindlich, als im flüssigen, jedoch scheint es, als ob beim Zerbrechen gefrorener Nitroglycerinkrystalle ein eigenthümlicher Molecularvorgang stattfinde, wenigstens glaubt man, einzelne Explosionen darauf zurückführen zu müssen.

Nach Hess kann Nitroglycerin bei fortgesetztem Exponiren bei einer Temperatur von 70° vollständig verdampft werden. In der Erfahrung des Verfassers hat es sich gezeigt, dass Dynamit, welches einer Temperatur von 40° einige Tage hindurch ausgesetzt war, nahezu 10 Proc. Nitroglycerin verloren hatte. Ebenso ergaben Versuche des Verfassers, dass bei zweistündigem Waschen mit Wasser von 50° und Durchleiten von Pressluft ein Verlust von 0,15 Proc. entstand.

Verfasser und viele Andere haben nach der von Hess angegebenen Anwendung des Lunge'schen Nitrometers (Nachfüllen mit verdünnter Schwefelsäure) bei reinem, wasserfreiem Nitroglycerin stets nahezu den theoretischen Stickstoffgehalt (18,50 Proc.) gefunden.

Nitroglycerin wird von Alkalien zu Glycerin zerlegt. Wesentlich befördert wird dies nach Versuchen von Hess und Schwab (Sitzungsberichte der kaiserl. königl. Akademie der Wissenschaften, 1877) durch die Anwendung von alkoholischem Kali oder Natron, in welchem Falle daneben Kalium- oder Natriumnitrit gebildet wird. Jodwasserstoffsäure vom spec. Gew. 1,5 zerlegt das Nitroglycerin in Glycerin und Stickoxyd (Mill's Jahresberichte 1864).

Bei der chemischen Untersuchung des Nitroglycerins hat man hauptsächlich folgende Umstände zu berücksichtigen:

1. **Den Wassergehalt.** Man setzt eine gewogene Menge Nitroglycerin in einem Exsiccator über Chlorcalcium bis zur Gewichtsconstanz aus.

2. **Den Stickstoffgehalt.** Derselbe wird mit dem Lunge'schen Nitrometer in der üblichen Weise bestimmt, jedoch hat dies wohl nur theoretisches Interesse, da reines, wasserfreies Nitroglycerin praktisch stets die gleiche Zusammensetzung hat.

3. **Acidität und Alkalinität.** Bei der Controle des Betriebes ist es wünschenswerth, dass das zur Verarbeitung gelangende Nitroglycerin vollständig neutral sei.

Dass es nicht sauer sei, ist selbstverständlich, denn saures Nitroglycerin soll überhaupt nie verwendet werden, und es müsste dann eben noch weiter gewaschen werden. Aber auch Alkalinität ist nicht wünschenswerth, weil sie zu Täuschungen Veranlassung giebt. Es kann nämlich Nitroglycerin durch bedeutenden Zusatz von Sodalösung alkalisch gemacht werden. Wenn jedoch die Soda ausgewaschen wird, so kann das Nitroglycerin immerhin noch Spuren von Säure zeigen, welche der Einwirkung von Soda sich entzogen haben oder von der Zersetzung des Nitroglycerins durch die Soda herrühren. Man übergiesst deshalb das Muster von Nitroglycerin mit destillirtem Wasser, schüttelt es kräftig durch und scheidet in einem Scheidetrichter das Wasser davon ab. Giesst man nun in dieses Wasser etwas Methylorange oder noch besser Congorothlösung, so wird man an der Färbung sofort sehen, ob das Waschwasser alkalisch ist. Ein bis zwei Tropfen einer $^1/_4$-Normal-Salzsäurelösung sollen die Farbe des Congoroth sofort in ein tiefes Blau verwandeln. — Vermuthet man eine grössere Menge von Sodalauge in dem Nitroglycerin, so kann man dieselbe in bekannter Weise durch Titriren bestimmen.

4. **Die Stabilitätsprobe.** Dieselbe wird nach der im Anhange gegebenen Methode durchgeführt. Die Ansprüche an die Stabilitätsprobe werden jetzt immer grösser. In England verlangt man, dass das Nitroglycerin eine Temperatur von 180° F. ($82^2/_9$° C.) 30 Minuten lang bestehe.

Entzündung und freiwillige Zersetzung. Brennende Körper entzünden das Nitroglycerin nur schwierig. Es löscht ein Zündhölzchen aus und kühlt einen glühenden Platindraht ab, wobei nur eine einfache Verflüchtigung der Substanz erfolgt. Wird Nitroglycerin angezündet, so brennt es schichtenweise ab, wie überhaupt die meisten brennbaren Flüssigkeiten. Allmälig jedoch wird die Temperatur desselben sich erhöhen und es kann, falls die ganze Masse auf eine zu hohe Temperatur gebracht ist, explodiren.

Man hat auch von Nitroglycerin früher geglaubt, dass es einer allmäligen freiwilligen Zersetzung unterliege. Seitdem man aber gelernt hat, dasselbe vollständig zu reinigen, hat man gefunden, dass eine Zersetzung bei normaler Temperatur nicht vorkommen kann. Ebenso wie die Schiessbaumwolle, kann selbst vollkommen reines Nitroglycerin eine Temperatur von 100° nur wenige Stunden lang ohne Zersetzung ertragen. Bei 70° zeigen sich innerhalb 10 bis 50 Minuten Spuren von Säure an dem bei der Stabilitätsprobe eingehängten Jodkaliumstärkepapiere, und dieselben erscheinen immer wieder, wenn man auch das Muster herausnimmt und abkühlen lässt und nach einiger Zeit wieder derselben Temperatur aussetzt. Bei grösseren Mengen können Zersetzungserscheinungen auch gefährlich werden. Die Temperatur zwischen 45 und 50° scheint auch für Nitroglycerin die kri-

tische zu sein. Bis zu 45° kann es wohl Monate lang aufbewahrt werden, ohne die Stabilitätsprobe zu beeinflussen. Zwischen 45 und 50° aber wird nach einigen Wochen dieselbe merklich heruntergehen.

Nach Müller und Warren de la Rue wird die Zersetzung durch kleine Mengen von Salpetersäure oder Untersalpetersäure begünstigt, und es bilden sich in Folge der Oxydation Glycerinsäure und Oxalsäure. Auch Liebe und List haben die Gegenwart von Oxalsäure in lange aufbewahrtem Nitroglycerin constatirt. Beckerhinn studirte die Einwirkung einer Mischung von Ozon und Sauerstoff auf ein Muster von Nitroglycerin, dessen Reinheit er vorher prüfte, und er fand, dass die Oxydation bei gewöhnlicher Temperatur unter Bildung von Glycerinsäure und Salpetersäure stattfindet. Zu gleicher Zeit färbte sich der angegriffene Theil grün, entwickelte nitrose Dämpfe und Kohlensäure.

Manchmal treten bei der Arbeit im Grossen Zersetzungen auf. In den meisten Fällen geschieht dies in Apparaten, welche den Gasen nur einen verhältnissmässig geringen Abzug gewähren, und hierdurch wird so viel Wärme zurückgehalten, dass eine Explosion erfolgt. Findet eine solche Zersetzung jedoch in einem offenen Gefässe statt, so wird bei nicht zu grossen Mengen, oder beim Rühren durch eine Rührvorrichtung oder comprimirte Luft die entstehende Wärme allmälig abgegeben, und die Zersetzung erfolgt unter reichlicher Entwickelung von nitrosen Dämpfen, jedoch ohne Explosionserscheinungen. Der Rückstand nach einer solchen Zersetzung wurde vom Verfasser untersucht; es konnte jedoch Oxalsäure in demselben nicht gefunden werden, und er bestand hauptsächlich aus Schwefelsäure.

Explosion. Wird ein Tropfen Nitroglycerin durch Filtrirpapier aufgesaugt und auf einem Ambosse mit einem Hammer geschlagen, so explodirt er, gewöhnlich jedoch nur die vom Hammer getroffenen Theile. Die Explosion eines grösseren Streifens von Flüssigkeit erfolgt aber sicher, wenn die Masse, auf welcher dieselbe aufliegt, von geringem Volumen ist, also beispielsweise auf einer dünnen Stahlstange, oder wenn ein Streifen Zinnfolie, manchmal auch nur ein Streifen von Papier darüber gelegt wird, weil in diesem Falle die Fortpflanzung der Explosionsschwingungen in genügendem Maasse stattfindet. Gefrorenes Nitroglycerin ist gegen den Schlag im Allgemeinen weniger empfindlich. Die zur Detonation des Nitroglycerins erforderliche Schlagarbeit beträgt 0,75 mkg. Mit dem Gewehre beschossen, explodirt es schon bei einer Entfernung von 150 m.

Der sicherste Weg, Nitroglycerin zur Explosion zu bringen, ist das Aufsetzen eines Knallquecksilberzündhütchens. — Nitroglycerin explodirt, wenn es einer Temperatur von 180° ausgesetzt wird.

Leygue und Champion haben bei plötzlicher Erhitzung desselben gefunden, dass es

bei 185° siedet, unter Entwickelung von gelben Dämpfen,
„ 194° langsam verflüchtigt,
„ 200° rasch verdampft,
„ 217° heftig detonirt,
„ 241° explodirt,
„ 257° heftige Explosion,
„ 267° weniger lebhafte Explosion,
„ 287° leichte Explosion,
„ Dunkelrothgluth keine Explosion (sphäroidaler Zustand) eintritt.

Dieses letztere Resultat wird von Kopp bestätigt, welcher einen Tropfen Nitroglycerin auf eine rothglühende Metallplatte fallen liess und nur einen schwachen Knall erhielt. Die Angaben gelten jedoch nur für ganz geringe Mengen. Bei grösseren Mengen ist jede Erwärmung über 180° unbedingt von Explosion begleitet.

Verbrennungsgase. Das Zersetzungsschema des Nitroglycerins lässt sich durch die Formel

$$2\,C_3H_5(NO_2)_3O_3 = 6\,CO_2 + 5\,H_2O + 6\,N + O$$

ausdrücken. Es sollen also die Verbrennungsgase

	58,2 Proc.	CO_2,
	19,8 „	H_2O,
	18,5 „	N
und	3,5 „	O

enthalten; 1 kg Nitroglycerin soll also 1135 Liter gasförmige Producte ergeben.

Nach Wuič beträgt die Verbrennungstemperatur des Nitroglycerins 3005° und die von 1 kg abgegebene Energiemenge 6050,48 Kilogrammeter.

Man hat wiederholt versucht, die Gefrierbarkeit des Nitroglycerins zu vermindern. Nobel und der Verfasser haben gleichzeitig im Jahre 1885 beobachtet, dass ein Zusatz von Nitrobenzol den Gefrierpunkt herabsetzt, und der Verfasser fand, dass noch viele andere Körper der Benzol- und Phenolreihe, einschliesslich der Pyridinbasen und Pyridinsalze, denselben Einfluss ausüben.

Solche Beimengungen zum Nitroglycerin haben nur einen begrenzten Werth. Es gelang Verfasser z. B. nicht, eine Mischung von Nitroglycerin mit 2 Proc. Nitrobenzol in irgend einer Kältemischung innerhalb einer Stunde zum Gefrieren zu bringen. Als er jedoch dieselbe der strengen Winterkälte im Freien aussetzte, gefror sie über Nacht. Wenn in solche Mischungen, nachdem sie einer Kältemischung ausgesetzt waren, ein Krystall von gewöhnlichem gefrorenem Nitroglycerin eingeworfen wurde, so erstarrten dieselben rapid, und einmal zum Gefrieren gebracht, konnten sie wiederholt aufgethaut und sehr leicht zum Gefrieren gebracht werden. — Dagegen haben sich derlei

Zusätze zum Nitroglycerin insbesondere deshalb als unpraktisch erwiesen, weil der Gefrierpunkt nicht sehr bedeutend herabgesetzt wurde, aber $^1/_2$ Proc. eines solchen Zusatzes die Explosionswirkung schon sehr bedeutend verminderte, und ein Zusatz von z. B. 5 Proc. Nitrobenzol eine Explosion nur äusserst schwierig machte und die Wirkung um ein Viertel reducirte.

Verwendung des Nitroglycerins. Während Nitroglycerin ursprünglich häufig im flüssigen Zustande zur Ausführung von Sprengungen verwendet wurde und später durch Mowbray in gefrorenem Zustande in Blechflaschen transportirt wurde, Nobel dagegen es in Methylalkohol auflöste und vor dem Gebrauche denselben herauswusch, wird heute der Gebrauch des Nitroglycerins in flüssigem Zustande in fast allen Staaten verboten und in Amerika auch nur ganz ausnahmsweise (zum Erweitern von Petroleumbohrlöchern) benutzt.

Gegenwärtig wird Nitroglycerin ausschliesslich in der Form von Dynamit für Sprengungen in den Handel gebracht, aber in neuerer Zeit auch in sehr grossem Maassstabe zur Herstellung von rauchlosem Pulver verwendet. In ganz geringem Maasse wird es medicinisch benutzt, gewöhnlich in einprocentigen alkoholischen Lösungen, wie z. B. in der Schweiz und in England, oder in minimalen Dosen zu Pillen verarbeitet, wie in Deutschland.

Es wird als Heilmittel insbesondere gegen nervösen Kopfschmerz, Asthma, Angina, Neuralgie, Bright'sche Krankheit u. s. w. von Prof. Rossbach (Berliner klinische Wochenschrift 1885, Nr. 3) empfohlen, zu welchem Zwecke er Tabletten aus Nitroglycerin herstellt. Amerikanische Aerzte sollen jetzt Dosen von $^1/_2$ bis 1 mg, in das Blut eingespritzt, als Rettungsmittel bei Vergiftungen durch Kohlenoxyd und Leuchtgas empfehlen.

D y n a m i t.

Man bezeichnet mit dem allgemeinen Namen Dynamite Mischungen von Nitroglycerin mit solchen Stoffen, welche dieses nicht nur vollständig aufsaugen, sondern auch dauernd unter den gewöhnlichen Verhältnissen gebunden halten können. Das Nitroglycerin darf also weder durch mässigen Druck, noch durch Temperaturerhöhung, Frost oder Luftfeuchtigkeit sich von dem Saugstoffe abscheiden.

Ursprünglich hat man nur in der Natur vorkommende mineralische Saugstoffe verwendet, weil man hauptsächlich der Unbequemlichkeit und Gefahr des Ladens von reinem Nitroglycerin durch Bindung desselben steuern wollte. Später lernte man den Werth eines verbrennbaren Saugstoffes schätzen und bemühte sich, durch entsprechende Mischungen deren gut wirksame zu finden. Es lassen sich deshalb die Dynamite in zwei Classen eintheilen, solche mit wirksamen und solche mit unwirksamen Saugstoffen.

Die ersten Versuche mit Saugstoffen datiren aus dem Jahre 1863. In Dingler's Polytechnischem Journal vom 1. Januar 1864 berichtet Bergingenieur B. Turley in Åmmeberg, dass Nobel Patronenhülsen aus Zinkblech mit gewöhnlichem Kanonenpulver füllte und so viel Nitroglycerin zugoss, als zwischen dem Pulver Platz hatte. Hierauf schloss er die Hülse mit einem Korkpfropfen und füllte den Zwischenraum zwischen Patrone und Bohrlochwand mit Pulver aus.

Im „Scientific American“ vom Jahre 1866 schlug Professor Seely vor, Nitroglycerin mit Sand zu mischen. Auch beantragte er später, dasselbe mit einem Pulver zu mischen, welches jede Spur von Säure neutralisirt.

A. Dynamite mit unwirksamen Saugstoffen.

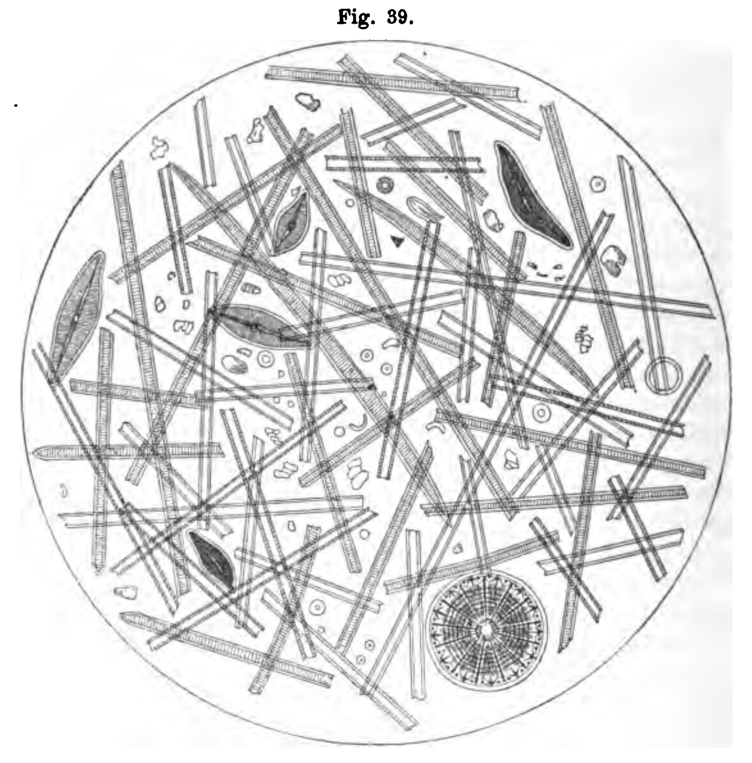
Alfred Nobel hat im Jahre 1866 gefunden, dass die gegenwärtig wohl bekannte Kieselguhr ein sehr hohes Saugvermögen und die Fähigkeit guter Bindung von Nitroglycerin besitze. Viele Jahre hindurch war dieses Kieselguhrdynamit fast ausschliesslich in Ver-

wendung. Gegenwärtig hat es in Oesterreich und Italien fast ganz aufgehört zu existiren und ist auch in anderen Ländern stark verdrängt worden.

Die Kieselguhr wird hauptsächlich in der Lüneburger Haide in der Gegend von Unterlüss in der erforderlichen Güte und Reinheit gewonnen, doch giebt es auch in Schottland, sowie in den Betten der Binnenseen in Norwegen bedeutende Lagerstätten.

Kieselguhr besteht fast ausschliesslich aus Panzern und Schalen von Diatomeen, siehe Fig. 39 und 40. Alle Theile sind röhrenförmig

Fig. 39.



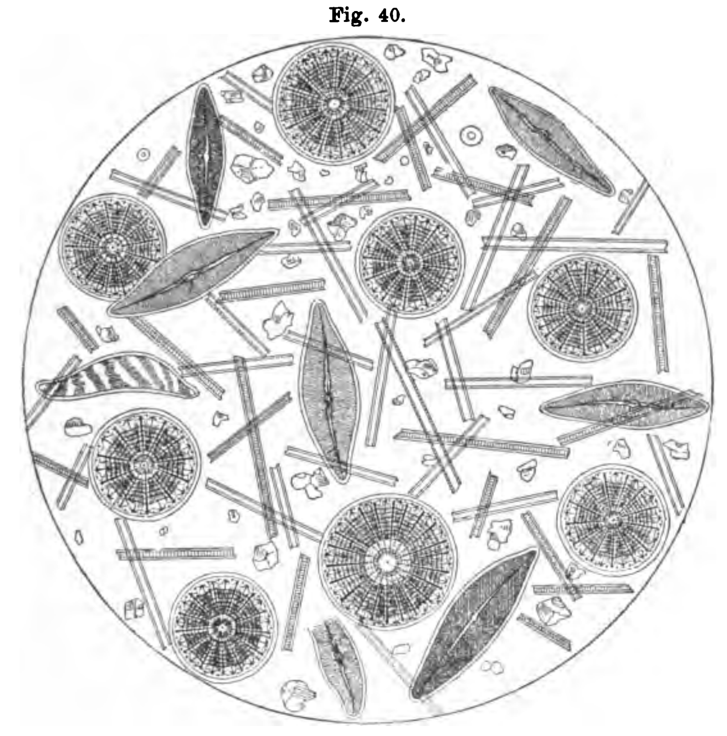
und bilden gewissermaassen Reservoirs für die Aufspeicherung von Flüssigkeit. Gute Kieselguhr saugt bis zu 82 Proc. Nitroglycerin auf. Sie besteht fast ausschliesslich aus Kieselsäure mit Spuren von Eisenoxyd, organischen Bestandtheilen, manchmal etwas Thon oder schwefelsaurer Thonerde. Ein Gehalt an letzterer ist für die Stabilität des Dynamites nachtheilig.

Die Kieselguhr wird entweder in offenen Flammöfen oder besser in Muffelöfen geglüht, sodann auf einem Walzwerke in feines Pulver vermahlen, danach auf einem Cylindersiebe ausgesiebt und in dichte Säcke eingefüllt, in welchen sie dann zur Bearbeitung gelangt.

Das Kieselguhrdynamit besteht gewöhnlich aus 75 Thln. Nitroglycerin und 25 Thln. geglühter Kieselguhr, und dem Ganzen wird noch etwa $^1/_2$ Thl. calcinirte Soda hinzugefügt, welche den Zweck haben soll, etwaige, während der Aufbewahrung sich entwickelnde Säurespuren zu neutralisiren. In besonderen Fällen hat man Dynamit auch aus 80 Proc. Nitroglycerin und 20 Proc. einer besonders saugfähigen Gattung von Kieselguhr hergestellt. Ebenso wurde manchmal nur 70 procentiges Dynamit gewünscht.

Im Allgemeinen bezeichnet man Kieselguhrdynamit zwischen 70 und 80 Proc. auf dem europäischen Continente als Dynamit Nr. 1, in

Fig. 40.



England schlechtweg als Dynamit oder Kieselguhrdynamit (weil geringere Sorten nicht verlangt werden). In Amerika nennt man es Giant Powder Nr. 1.

Das Kieselguhrdynamit hat eine wechselnde Farbe, je nach der verwendeten Gattung von Kieselguhr. Bei Benutzung weisser, geschlämmter Guhr, welche in Muffelöfen gebrannt wurde, ist die Farbe ein schönes Rosenroth. Wird graue Kieselguhr verwendet, oder selbst weisse Guhr in Flammöfen gebrannt, so bleiben Kohlenpartikelchen in derselben, und das Dynamit erhält dadurch eine schmutzigbraune Farbe, häufig mit Kohlenpünktchen vermischt. Um nun die Farbe bei allen

Zufälligkeiten des Glühens der Guhr und für die verschiedenen Guhrgattungen gleichmässig zu haben, ist es auf dem Continente üblich, dem Dynamite etwa 0,25 Proc. gebrannten Ockers zuzusetzen.

Gutes Dynamit hat etwa die Consistenz von frischer Gartenerde. Es darf sich nicht fettig anfühlen und auf der Umhüllung (Patronenpapier) keine Spur von Oel zeigen. Die äussere Fläche einer Patrone muss vollkommen glatt, jedoch nicht schmierig sein. Wird eine Patrone gebrochen, so muss sie an den Bruchflächen eine körnige Structur ohne Spuren von Nitroglycerin zeigen.

Eine andere Art von Dynamit, das weisse Dynamit, wurde schon im Jahre 1870 von Carl Diller in St. Lambrecht gemacht, indem Kalkguhr, eine in Tropfsteinhöhlen und alten Bachläufen in Kalksteingebirgen vorkommende poröse Versinterung, als Saugstoff benutzt wurde. Sie wurde in der Weise geglüht wie Kieselguhr und hatte den Vortheil, dass sie eine Zumischung von Soda nicht benöthigte, die Saugfähigkeit war jedoch höchstens 65 Proc.

In Amerika wird Dynamit hergestellt, welches Magnesiumcarbonat als Saugstoff enthält. Solches Dynamit wurde ursprünglich unter dem Namen Fulgurit in einer Fabrik in Eperies in Ungarn erzeugt.

In diese Kategorie gehört auch das vom Director Müller in Köln angegebene Wetterdynamit, welches sich beim Gebrauche in Schlagwettergruben sehr gut bewährt hat. Es wird erzeugt, indem man 10 Thle. 77 procentiges Kieselguhrdynamit mit 7 Thln. Soda vermischt, und seine Wirkung beruht darauf, dass bei der Explosion die einen hohen Krystallwassergehalt besitzende Soda einen Mantel von Wasserdampf um die Explosionsgase bildet. Aehnliche Wetterdynamite wurden auch durch Zumischung von Magnesiumsulfat hergestellt.

B. Dynamite mit wirksamen Saugstoffen.

Sehr bald nach Einführung des Kieselguhrdynamites kam man auf den Gedanken, dass es eigentlich unrecht sei, mit einem Materiale zu sprengen, welches 25 Proc. Stoffe enthalte, die nicht nur unwirksam sind, sondern sogar noch Wärme bei der Explosion aufnehmen. Man hat deshalb nach solchen saugfähigen Körpern gesucht, welche bei der Verbrennung mitwirken können.

Andererseits hat man sich, mit Ausnahme von England und seinen Colonien, fast überall der Ansicht angeschlossen, dass für die meisten bergbaulichen Zwecke ein ausserordentlich kräftiges Sprengmittel nicht nöthig sei. Man hat deshalb den Nitroglyceringehalt häufig herabgesetzt und das Aufsaugemittel zu einem Pulver ausgebildet, welches an der Explosion thätigen Antheil nimmt.

Die meisten Dynamite in Amerika enthalten jetzt etwa 40 Thle. Nitroglycerin, 45 Thle. Natronsalpeter, 14 Thle. Holzstoff und 1 Thl. Magnesiumcarbonat.

In Europa hat man die Herstellung von Dynamiten durch einfaches Zusammenmischen von Nitroglycerin mit sogenanntem Zumischpulver (einer Mischung von Salpeter mit organischen Stoffen) fast ganz aufgegeben, weil das Nitroglycerin aus solchen Pulvern leicht ausschwitzte. Ausnahmen finden nur statt bei Dynamiten für Riesenminen, welche unter 20 Proc. Nitroglycerin mit einem Zumischpulver aus Natronsalpeter und Kohle oder Holzmehl enthalten, ferner bei sogenannten Ammoniakdynamiten, welche noch in Frankreich und Italien manchmal verwendet werden und aus etwa 20 Thln. Nitroglycerin, 25 Thln. Ammoniaksalpeter, 36 Thln. Natronsalpeter, $18^1/_2$ Thln. geröstetem Roggenmehle und $^1/_2$ Thle. Soda bestehen.

Trauzl und Abel schlugen im Jahre 1867 vor, Nitroglycerin mit gepülpter Schiessbaumwolle zu vermischen, doch hat dieses Schiessbaumwolldynamit keine besondere Verwendung gefunden.

Eine viel grössere Bedeutung erhielten die Dynamite mit wirksamen Saugstoffen, als Alfred Nobel im Jahre 1875 sich ein Verfahren zur Herstellung von Sprenggelatine patentiren liess. Nobel vermengte die als Collodiumwolle oder lösliche Schiessbaumwolle im Handel bekannte Varietät der Schiessbaumwolle mit Nitroglycerin in der Wärme, wodurch die Collodiumwolle sich in Nitroglycerin zu einer Gelatine löste. Eine grössere Menge von Collodiumwolle ergab eine zähe, feste, gelatineartige Masse, mit geringen Mengen erhielt er eine syrupartige Gelatine, die durch Zumischpulver zu dem sogenannten Gelatinedynamite vermengt werden konnte.

In Oesterreich und Deutschland besteht die Sprenggelatine aus 93 Proc. Nitroglycerin und 7 Proc. löslicher Schiessbaumwolle. In der Schweiz enthält sie 9 Thle. Collodiumwolle, und in Italien 8 Thle. Collodiumwolle und 2 Thle. Methylalkohol, behufs leichterer Lösung. In England nimmt man zwischen 90 und 91 Proc. Nitroglycerin und zwischen 9 und 10 Proc. löslicher Schiessbaumwolle.

Für Kriegszwecke hatte man früher in Oesterreich 4 Proc. Kampher zu 96 Proc. einer Sprenggelatine, die mit 10 Proc. Collodiumwolle hergestellt war, verwendet. Eine ähnlich zusammengesetzte Kriegssprenggelatine wird noch in Italien und der Schweiz benutzt. In Folge des Kamphergehaltes wird diese Sprenggelatine in hohem Maasse unempfindlich, und es ist deshalb die Anwendung einer besonderen Zündpatrone nöthig, die eine höhere Schlagarbeit ausführt. Ein Gemisch von 60 Thln. Nitroglycerin und 40 Thln. Nitrohydrocellulose sichert vollständige Explosion, während man in Italien Zündpatronen aus reiner Schiessbaumwolle verwendet.

Für Bergbauzwecke wirkt reine Sprenggelatine in den meisten Fällen zu heftig. Nobel hat sie deshalb dadurch abgeschwächt, dass er, wie vorhin erwähnt, eine Gelatine von geringerer Consistenz mit entsprechend zusammengemischtem Zumischpulver verwendet. Heutzutage nimmt man fast ausschliesslich Kali- oder Natronsalpeter und

Holzmehl als Zumischpulver, doch findet sich auch, z. B. in Frankreich und Italien, noch Roggenmehl an Stelle des Holzmehles, und in manchen Ländern giebt man einen Zusatz von gebranntem Ocker, um die Farbe des Kieselguhrdynamites nachzuahmen. In Frankreich und Italien hat man auch hier und da Ammoniaksalpeter an Stelle anderer Salpeter verwendet.

In England macht man Gelatinedynamit aus 80 Thln. 5 procentiger Gelatine und 20 Thln. Zumischpulver. Dies heisst in Deutschland „Bergwerkssprenggelatine“, während das, was man in Deutschland „Gelatinedynamit“ nennt, in England „Gelignite“ heisst und die folgende Zusammensetzung hat:

			Proc.
		65 Proc. Gelatine aus:	
$96^2/_{13}$	Proc.	Nitroglycerin	= 62,500
$3^{11}/_{13}$	„	Collodiumwolle	= 2,500
		35 Proc. Zumischpulver aus:	
75	Thln.	Natronsalpeter (in England Kalisalpeter)	= 26,250
24	„	Holzmehl	= 8,400
1	„	Soda	= 0,350
			100,000

Zum Ersatze der löslichen Schiessbaumwolle hat man verschiedentlich nitrirtes Holz, Jute und dergleichen und statt des Nitroglycerins auch Nitrobenzol, Nitrotoluol etc. verwenden wollen, doch ohne damit dauernden Erfolg zu erzielen.

Erzeugung des Dynamites.

A. Nicht gelatinirte Dynamite.

Das Nitroglycerin und die Aufsaugemittel werden in dem früher besprochenen Vorbereitungszustande entweder in der Mischhütte oder im Filterhause oberflächlich durch einander gemengt, hernach in hölzernen, mit Blei verkleideten Trögen zuerst mit der Hand durchgemischt und sodann durch Drahtsiebe gerieben. Diese Siebe sind hölzerne, mit Drahtgeflecht bespannte Rahmen, welche auf den Trogwänden gerade Platz haben. Gewöhnlich siebt man zweimal, das erste Mal durch ein Sieb von $1^1/_2$ Maschen pro Längencentimeter, und das zweite Mal durch eines von drei Maschen pro Längencentimeter. Das Sieben erfolgt, indem das lose Dynamit mit einer Holzschaufel auf das Sieb geschüttet und von dem Arbeiter mit der flachen Hand durchgerieben wird. Die Arbeiter haben sich sehr bald an diese Art von Arbeit gewöhnt, und ziehen es vor, sie mit der blossen Hand zu verrichten, statt Gummihandschuhe anzuziehen, die ihnen bald lästig fallen.

Nach erfolgtem Sieben soll die Masse in Form von feinen Körnern im Troge enthalten sein. Sie darf weder zu fett, noch zu trocken er-



scheinen und die Beurtheilung derselben ist lediglich Sache des geübten Auges. Ist die Masse zu trocken, so ist sie nur mit grosser Schwierigkeit durch die Patronenpressen zu bringen, ist sie zu feucht, so schmiert sich das Dynamit und schwitzt bald das Nitroglycerin aus. Zu feuchtes Dynamit kann durch Zusetzen von etwas Saugstoff, zu trockenes durch Zusetzen von etwas Nitroglycerin verbessert werden. Beim Kieselguhrdynamite kann zu trockenes Dynamit durch wiederholtes Durchreiben durch Siebe verbessert werden. Es scheint nämlich, dass die feinen Röhrchen der Kieselguhr durch das häufigere Durchreiben aufs Neue gebrochen werden, oder auch, dass das zwischen den einzelnen Kieselguhrtheilchen haftende Nitroglycerin zum Austreten gebracht wird.

Die fertige Masse wird, um sie in Bohrlöcher einladen zu können, in cylindrische Patronen eingeführt. Am gebräuchlichsten sind Patronendurchmesser von 19 mm, 23 mm und 26 mm. Die Aufgabe der Patronenherstellung ist, eine cylindrische Wurst von etwa 10 cm Länge herzustellen, welche entweder in Pergament- oder Paraffinpapier eingewickelt und an beiden Enden geschlossen wird. Diese Dynamitwurst wird in der Presse hergestellt, nur bei grösseren Durchmessern erfolgt sie durch Stopfen mit der Hand. Es giebt zwei Arten von Pressen, solche, welche die ganze Patrone auf einmal in die Papierhülse drücken (intermittirende Pressen), und solche, welche eine endlose Wurst herstellen, die von Zeit zu Zeit abgebrochen und in Papier gewickelt wird (continuirliche Pressen).

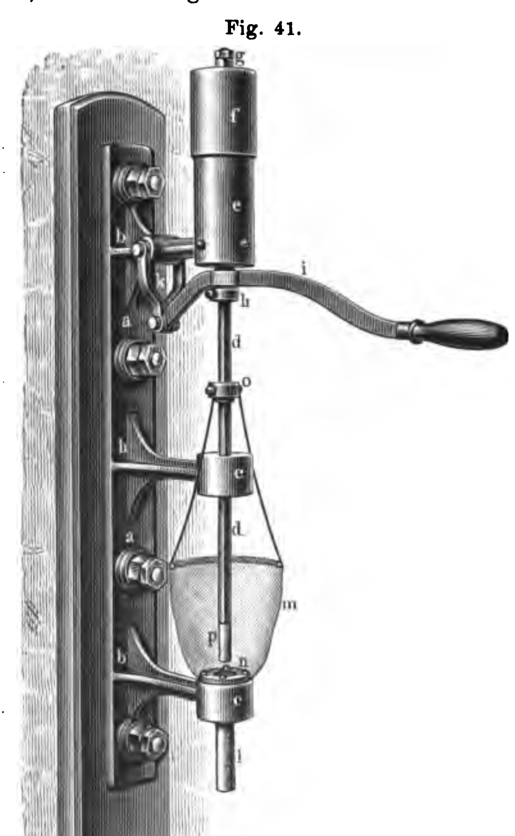
Die intermittirenden Pressen sind gewöhnlich Hebelpressen, deren Kolben in einem Trichter spielt. An das Rohr des Trichters wird das Papier gewickelt, unten geschlossen, und der Röhreninhalt mit einem Drucke in die Hülse eingepresst.

Es ist charakteristisch, dass fast alle Unglücksfälle beim Patroniren mit solchen intermittirenden Pressen vorkamen, hauptsächlich wohl deshalb, weil zur Ueberwindung der Reibung, welche nothwendig ist, um 10 cm hohe Schichten plastischen Materiales herauszupressen, sehr starker Druck erforderlich ist, der bei dem Vorhandensein von Unreinigkeiten zu grösserer Wärmeentwickelung oder zu einem Schlage Anlass geben kann.

Einfacher und sicherer vollzieht sich die Arbeit in continuirlichen Pressen und in Fig. 41 (a. f. S.) ist eine solche Presse dargestellt, wie sie vom Verfasser für die Erzeugung von Kieselguhrdynamit construirt wurde. Dieselbe besteht aus einer starken Wandplatte *a*, an welche drei Arme *b* angegossen sind. Jeder dieser Arme hat einen dicken Ansatz *c*. Durch die zwei oberen geht in einer entsprechenden Bohrung eine runde oder vierkantige Stange *d* hindurch, in welche sowohl oben wie unten ein Schraubengewinde eingeschnitten ist. Auf dem obersten Ansatze ist eine cylindrische Büchse *e* festgemacht, welche durch eine zweite, weitere, umgekehrte Büchse *f* verschlossen ist. In

diesen Büchsen befindet sich eine Spiralfeder. Die Stange geht durch den obersten Ansatz und die Büchsen hindurch und ist ausserhalb der Büchse durch Mutter und Gegenmutter *g* festgehalten. Auf die Stange ist ferner unterhalb des obersten Ansatzes ein Stellring *h* aufgeschraubt, welcher an seinem oberen Theile ein wenig kreisförmig gewölbt ist. An der Wandplatte ist ein langer Hebel *i* in einem Scharniere *k* beweglich, derselbe hat eine Erweiterung und Ausbohrung da, wo die Stange durch denselben hindurchgeht. Es ist ersichtlich, dass durch Auf- und Abbewegen des Hebels die Spiralfeder zusammengepresst wird und mit ihr die obere Büchse nach unten geht. Beim Auslassen des Hebels zieht die Spiralfeder die Stange nach oben. Durch den zweiten Arm geht die Stange bloss behufs sicherer Führung hindurch, der dritte Arm hat eine grössere, mit Schraubengewinde versehene Oeffnung. In dieselbe wird eine mit Schraubenansatz versehene Röhre *l* eingeschraubt. Es wird ferner ein Leinwandsack *m* auf dem Ansatze des unteren Armes mit Hülfe einer Deckplatte *n* befestigt, und dieser Sack durch einen Lederriemen an einen Stellring *o* an die Pressstange gebunden. Bei jedem Niederdrücken des Hebels legt sich der Sack sonach um, bei jedem Aufzuge des Hebels spannt er sich straff. Die Folge davon ist, dass das in dem Sacke befindliche Dynamit fortwährend aufgerüttelt wird und in die Pressröhre fällt. Auf die Pressstange ist an ihrem unteren Ende ein Stempel *p* aus Pockholz oder Elfenbein aufgeschraubt, welcher ein wenig conisch zuläuft und an seinem oberen Ende einen um etwas geringeren Durchmesser hat, als die Pressröhre. Der Arbeiter steht vor der Presse, zieht den Hebel in ununterbrochener rascher Auf-

Fig. 41.



einanderfolge hinab und lässt ihn durch die Feder in die Höhe gehen. Hierbei vollführt der Arbeiter eine eigenthümliche hüpfende Bewegung, welche ihm die Arbeit in sofern erleichtert, dass er den Arm nicht zu bewegen braucht, sondern mit seinem ganzen Körpergewichte das Pressen vollführt. Wenn das Dynamit nicht zu trocken ist, so wird es durch das Pressen in einem ununterbrochenen Strange das Rohr verlassen. Der Arbeiter zieht die Stange nur etwa 20 mm auf einmal herunter. Hierdurch ist der Druck in der Presse und die Reibung des Dynamites auf das Rohr nicht bedeutend; die Masse wird nur geringer Erschütterung ausgesetzt und die Wurst kann frei hängend noch genügend Consistenz besitzen, um eine Länge von 12 bis 15 cm zu erreichen. Sobald sie etwa 10 cm lang ist, bricht sie der Arbeiter durch eigenthümliche Haltung der Hand ab, indem er die zwei letzten Finger der Hand unter die Patrone hält und mit den drei anderen einen seitlichen Druck ausübt. Die so abgebrochene Wurst wird sofort in Papier durch Rollen mit der Hand eingewickelt. Gewöhnlich wird die

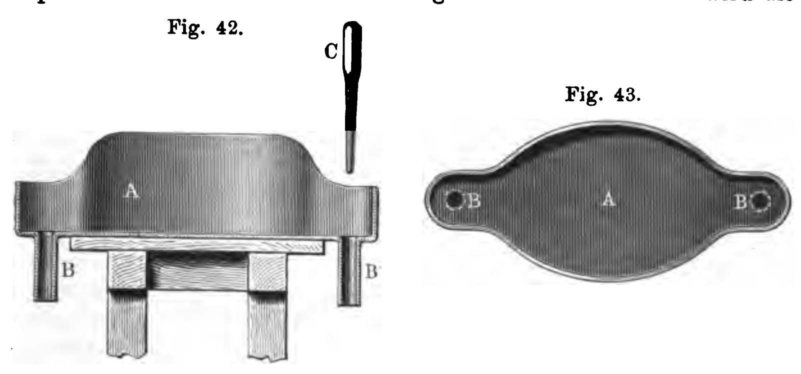


Fig. 42. Fig. 43.

Arbeit so eingetheilt, dass ein Arbeiter presst und zwei andere, je einer rechts und links, abwechselnd die Patronen abbrechen und einwickeln. Falls eine Patrone aus irgend einem Grunde früher abbrechen sollte, als sie der Arbeiter erreichen könnte, so fällt sie in das unterhalb der Presse stehende Vorrathsgefäss für das lose Dynamit.

Hat man es mit Dynamiten zu thun, welche eine mehr pulverförmige Consistenz haben, oder soll man Patronen von grösserem Durchmesser herstellen, so bedient man sich einer Vorrichtung, welche in Fig. 42 und 43 abgebildet ist. Dieselbe bildet eine Mulde aus Bleiblech *A*, welche an zwei einander gegenüberstehenden Enden etwas verengt ist und am Boden der Verengerung einen röhrenförmigen Ansatz *B* trägt. Das Dynamit kommt in die Mulde, das Patronenpapier wird um den Rohransatz gewickelt und vom Arbeiter mit der linken Hand festgehalten. In der rechten Hand hat der Arbeiter ein langes, nach unten spitz zulaufendes Holz *C*, mit welchem er das Dynamit in das Rohr hineinscharrt und mit ein paar geschickten Stössen innerhalb

des Rohres zusammenpresst und in die Patrone schiebt. Bei der Erzeugung von pulverförmigen Dynamiten in grösserem Maassstabe bedient man sich vortheilhafter Schraubenpressen, ähnlich der später bei Gelatinedynamit besprochenen.

B. Gelatinirte Dynamite.

Die zur Herstellung von Sprenggelatine dienende Collodiumwolle muss vollständig in Aetheralkohol löslich sein und dabei doch einen hohen Stickstoffgehalt besitzen. Nichtsdestoweniger findet man hier und da Nitrocellulosen, welche wohl in Aetheralkohol vollständig löslich sind, in Nitroglycerin sich aber nur schwer oder unvollständig lösen, und wenn sie darin auch gelöst sind, das Nitroglycerin nicht dauernd binden.

Die Herstellung solcher Schiessbaumwolle ist ein besonderes Verdienst einzelner Fabriken. Sie kann nur durch sorgfältigste Auswahl und gleichmässigstes Einhalten aller Bedingungen bei der Nitrirung, also der Qualität der Baumwolle und der Säuren, Temperatur und Dauer der Nitrirung, erreicht werden.

Die Collodiumwolle muss ferner möglichst trocken zur Verwendung gelangen, da ein Wassergehalt die lösende Wirkung des Lösungsmittels verhindert und sich dadurch kleine Klumpen bilden, die von aussen mit einer gelösten Schicht umgeben sind und das fernere Eindringen des Lösungsmittels lange Zeit verhindern. Aus dem gleichen Grunde muss die Collodiumwolle möglichst fein vertheilt (gepülpt) sein und soll vor dem Vermischen mit dem Nitroglycerin durch ein feines Haarsieb gehen. Diese Operation erfordert einige Aufmerksamkeit, da die Collodiumwolle, insbesondere wenn warm, gegen Reibung sehr empfindlich ist.

In den meisten Fabriken, insbesondere in solchen, wo man nicht so bedeutende Quantitäten im Tage erzeugt, bedient man sich zur Herstellung der Sprenggelatine beckenförmiger oder viereckiger Kästen aus Kupfer- oder Bleiblech, welche mit einem Wassermantel umgeben sind. Man erwärmt dieselben durch fortwährend circulirendes Wasser auf etwa 50°; früher ging man bis zu 70 und 80°, doch haben in Folge eines Unfalles die deutschen Gewerbeinspectoren darauf gedrungen, dass die Temperatur nicht über 50° steige, und es hat sich in der That gezeigt, dass eine höhere Temperatur nicht nothwendig sei.

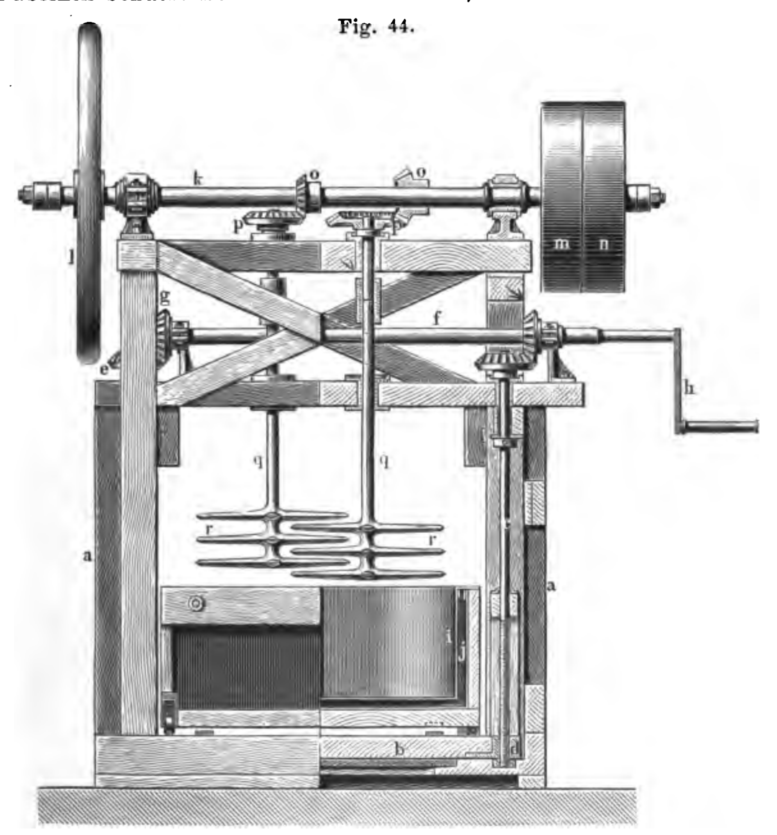
In den meisten Fabriken auf dem Continente erfolgt das Mischen der Galatine noch von Hand. Das Nitroglycerin bleibt in den Becken eine halbe Stunde bis eine Stunde lang stehen, bis es sich auf 50° erwärmt hat, dann fügt man die Collodiumwolle hinzu und rührt mit einer hölzernen Schaufel um, bis die Masse gründlich durchgemischt

ist. Man lässt die Gelatine bei dieser Temperatur stehen und rührt sie nur von Zeit zu Zeit um. Nach etwa zwei Stunden wird sie mit den Händen, ähnlich wie ein Brotteig, durchgeknetet, bis sie eine gleichförmige, salbenartige Consistenz angenommen hat. Nach dem Erkalten giebt sie dann eine mehr oder weniger dicke Gelatine.

In grösseren Fabriken bedient man sich jetzt der Knetmaschinen von Werner und Pfleiderer, von welchen später beim rauchlosen Pulver ausführlich die Rede sein wird.

In der Nobel'schen Fabrik in Ardeer sowie in einigen anderen Fabriken benutzt man eine Knetmaschine, bei welcher mit Ausnahme

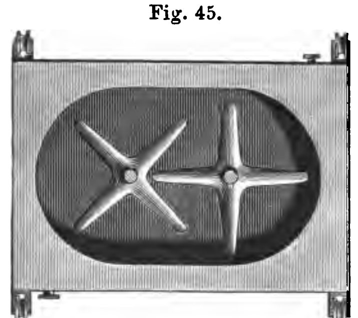
Fig. 44.



der Rührflügel keine bewegten Theile mit der Gelatine in Berührung kommen können; dieselben haben eine ausgezeichnete Leistungsfähigkeit. Sie sind in Fig. 44 und 45 (a. f. S.) abgebildet. Der Apparat besteht aus einem starken Gestelle *a* aus Eichenholz, auf welchem ein falscher Boden *b* mit Hülfe von zwei Schraubenwellen *c* höher oder tiefer gestellt werden kann. Die zwei Schraubenwellen greifen nämlich in an dem Boden angebrachte Seitenwände mit Muttern *d* ein und setzen sich nach oben

in glatte Wellenstücke fort, an welchen ein Kegelrad *e* befestigt ist. Eine über den Apparat gehende horizontale Welle *f* mit zwei Gegenkegelrädern *g* greift in die Wellen ein. Durch Drehen an der Kurbel *h* wird sonach der falsche Boden von den Schraubenwellen in die Höhe gehoben. Auf diesen falschen Boden kommt eine aus Kupfer gefertigte, auf vier Rädern laufende Pfanne *i* mit Wassermantel *j*, welcher durch einen Kautschukschlauch mit einer Warmwasserleitung verbunden werden kann. Das Gestelle setzt sich nach oben fort und trägt daselbst eine horizontale Welle *k*, welche ein Schwungrad *l* und eine feste und lose Scheibe *m* und *n*, sowie zwei Kegelräder *o* trägt. Diese greifen in entgegenstehende Kegelräder *p*, welche an zwei durch das Gestelle hindurch gehenden verticalen Wellen *q* befestigt sind. Letztere haben fingerförmige, in Kreuzgestalt ausgeführte Rührflügel *r*, welche so gestellt sind, dass die Finger der beiden Flügel in einander nach Art der Root'schen Gebläse eingreifen, wie dies aus dem Grundrisse in Fig. 45 ersichtlich ist. Die Arbeit erfolgt in der Weise, dass der Wagen mit der doppelten Pfanne auf den falschen Boden geschoben wird, letztere an die Warmwasserleitung angeschlossen und durch Drehung der Handkurbel in die Höhe gehoben wird, bis die Rührflügel eintauchen, dann erfolgt der Antrieb der Rührflügel selbst.

Fig. 45.



Die Temperatur der Mischung wird zwischen 40 und 45° gehalten, und binnen einer Stunde ist die ganze Operation beendigt.

Die fertige Sprenggelatine wird auf Patronen verarbeitet. Es ist aber nicht möglich, eine solche teigartige Masse durch die bei der Dynamitfabrikation besprochenen Pressen zu bringen, und es mussten deshalb andere Mittel gefunden werden. Man erzeugt die Patronen gegenwärtig im Allgemeinen in einer bei den verschiedensten Industriezweigen, wie z. B. der Ziegel-, Wurst- und Chocoladenfabrikation üblichen, auf der Wirkung der Schraube beruhenden Maschine.

Die in Ardeer übliche Maschine ist nach Mc Roberts in Fig. 46 abgebildet. Sie besteht aus einem trichterförmigen Gehäuse *a* mit Einfüllgosse *b*, an welches ein dem Durchmesser der Patrone entsprechendes Mundstück *c* angeschraubt ist. In dem Gehäuse bewegt sich, von zwei ausserhalb desselben angebrachten Lagern *dd* getragen, eine Welle *e* mit Schraube *f*, welche die durch die Einfüllgosse kommende Masse allmälig gegen das Mundstück zu drückt und daselbst in Form einer Wurst herausbringt. In dem Inneren des Gehäuses sind Nuthen *g* angebracht, welche verhindern, dass die Masse sich mit der Schraube einfach umdrehe.

Aehnliche Maschinen, jedoch mit cylindrischem Gehäuse, Fig. 47, sind in fast allen Fabriken in Verwendung. Gewöhnlich haben dieselben einen mit zwei und mehr Mundstücken *d* versehenen Ansatz *c*, so dass gleichzeitig mehrere Würste die Presse verlassen. Die Welle *f* mit der

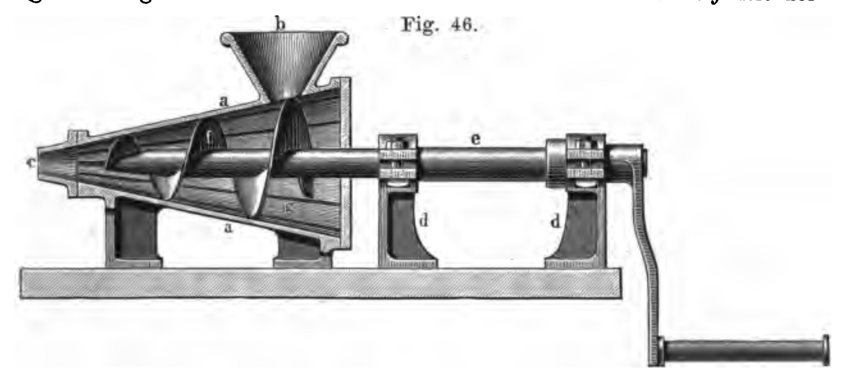


Fig. 46.

Schraube *g* ist in zwei Lagern *k* und dem Dcekel *e* durch die aufgeschobene Kurbel *l* drehbar. Zwei durch Flügelschrauben *i* befestigte Stellringe *h* halten die Welle in ihrer Lage. Das Ganze ist auf einer

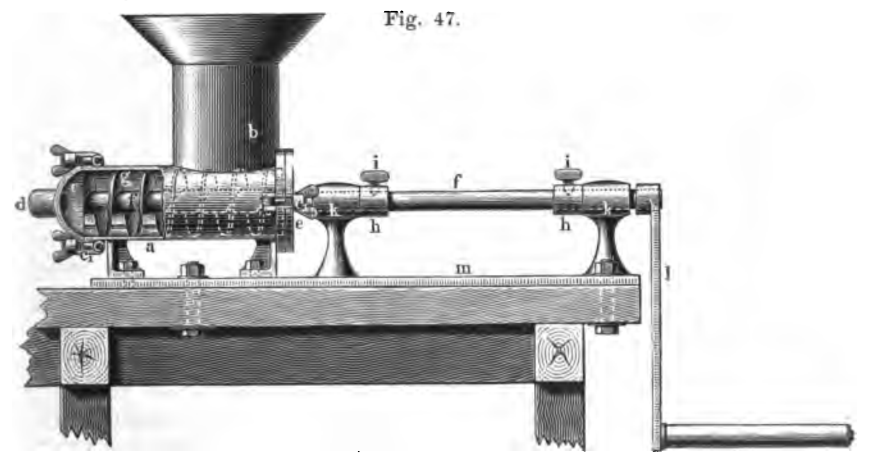


Fig. 47.

Grundplatte *m* und diese auf einem Tische montirt. Die cylindrischen Pressen erzeugen nicht so bedeutenden Druck wie die conischen, und die Schrauben sind manchmal so construirt, dass sie die eintretende Masse leichter ergreifen.

Die aus den Pressen kommenden Würste werden nach Augenmaass mit einem Bronzemesser zerschnitten, oder man hat ein mit zwei Schneiden, der Länge der Patrone entsprechend, versehenes Messer zu diesem Zwecke. Die abgeschnittenen Stücke werden, wie üblich, in Pergament- oder Paraffinpapier eingewickelt und in die gebräuchlichen Verpackungen in Schachteln und Kisten gebracht.

Verpackung und Anwendung von Dynamit. Um das Dynamit möglichst lange gegen die Einwirkung der Feuchtigkeit zu schützen, welche sowohl durch die Lagerung, wie durch die Anwendung in den meist nassen Bohrlöchern in das Dynamit eintreten könnte, wird es in wasserdichte Umhüllungen gebracht. Ursprünglich verwendete man ausschliesslich Pergamentpapier, und gegenwärtig ist dies noch die allgemein gebräuchliche Verpackungsweise in Grossbritannien und seinen Colonien. In anderen Ländern zieht man es vor, Paraffinpapier zu verwenden. Dieses schützt länger als Pergamentpapier, da bei längerem Liegen des Dynamites in Wasser dasselbe durch das Pergamentpapier hindurch in das Dynamit eintritt und dagegen Nitroglycerin aus diesem austritt. Dagegen hat Paraffinpapier den Nachtheil, dass es die Verbrennungsgase verschlechtert.

Paraffinpapier wird meist von den Fabriken selbst hergestellt, indem man endloses Papier über Rollen durch ein Bad aus 20 Thln. Paraffin, 60 Thln. Harz und 30 Thln. Talg durchzieht. Die Form des Patronenpapieres bildet ein schräg abgeschnittenes Viereck, welches auf einer Seite um etwa 3 cm kürzer ist als auf der anderen. Hierdurch wird ein besserer Verschluss der Patronen gesichert.

Früher hat man drei Patronengrössen hergestellt, solche von 10, 5 und $2^1/_2$ cm. Gegenwärtig macht man jedoch allgemein nur Patronen von 10 cm Länge und solche von $2^1/_2$ cm, sogenannte Zündpatronen.

Je $2^1/_2$ kg (in England 5 Pfund) Patronen kommen in Pappschachteln. Durch die Zündpatronen hat man die Möglichkeit, das genaue Gewicht herzustellen. Die Pappschachteln werden meist an Ort und Stelle fabricirt und sind gewöhnlich einfach durch Ritzen und Ausschneiden hergestellte, aus gewöhnlicher Strohpappe bestehende Cartons, die nur an den Stirnenden durch eine einfache Drahtklammer oder durch einen Harzkitt geschlossen sind. Als Deckel giebt man entweder ein loses Stück Pappendeckel auf, oder man wählt die Form der Pappe so, dass beim Umbiegen zugleich eine Klappe als Deckel verbleibt. In jede dieser Pappschachteln kommt eine Gebrauchsanweisung, welche Rathschläge für die Benutzung und für Vorsichtsmaassregeln bei der Behandlung enthält, und man wickelt sodann die Schachteln entweder in wasserdichtes oder gewöhnliches Papier. Das wasserdichte Papier ist entweder mit Oel getränkt oder mit einer Asphaltlösung bestrichen.

Bei sehr hygroskopischen Dynamiten verwendet man etwas poröses Packpapier und taucht die mit Bindfaden verbundene Schachtel in ein Paraffinbad zwei- oder dreimal ein, wodurch die ganze Schachtel mit einem dichten Ueberzuge versehen wird. Manchmal geht man noch weiter und verklebt die Pappschachtel mit Papierstreifen und taucht sie dann erst in Paraffin ein, wobei sodann für das Oeffnen solcher Schachteln auch besondere Vorrichtungen (ein eingelegter Bindfaden, welcher durch Anziehen den Papierstreifen zerreisst) vorgesehen sind.

Je zehn Schachteln, also zusammen 25 kg (in England 50 lbs.), kommen in eine Holzkiste. Dieselben dürfen in Oesterreich-Ungarn nur mit Holznägeln, in England und der Schweiz nur mit Zinknägeln verschlossen werden. Für Kieselguhrdynamit ist es in England vorgeschrieben, dass die Kiste oder Schachtel oder beide zusammen wasserdicht hergestellt seien, und es ist üblich, dies so zu bewerkstelligen, dass man die Kiste mit einem Sacke aus Kautschuk auskleidet und die Deckelklappe mit einer Lösung von Kautschuk in Benzin zuklebt. Die Kisten erhalten sodann ausserhalb am Deckel die Bezeichnung des Erzeugers entweder durch eine Schablone aufgedruckt oder eingebrannt und an ihrer Stirnseite die Nummer der Kiste, sowie den Durchmesser der Patrone aufgemalt.

Für militärische Zwecke wird das Dynamit in Blechbüchsen laborirt, welche am Deckel einen kleinen Röhrenansatz zur Aufnahme des Zündhütchens haben. Für Sprengungen unter Wasser verwendet man manchmal eben solche Blechbüchsen, manchmal Wursthülsen oder Säcke aus Kautschukleinwand.

Das Verpacken der fertigen Patronen in Schachteln und Hülsen erfolgt gewöhnlich in besonderen Häusern, manchmal sogar auch das Nageln in einem vom Packhause gesonderten Raume.

Dynamit wird haupsächlich für bergbauliche und Eisenbahnzwecke verwendet. Nur in wenigen Staaten noch ist dasselbe bei den Militäringenieurtruppen als Sprengmittel im Gebrauche. Für unterseeische Minen eignet es sich nicht, weil es schon bei 7° C. gefriert und dann nicht sicher explodirt. In Amerika schiesst man damit aus pneumatischen Kanonen und benutzt solche als Belagerungsgeschütze.

Eigenschaften der Dynamite.

1. Physikalische Eigenschaften.

A. Nicht gelatinirte Dynamite. Die Dynamite haben eine ihrer Zusammensetzung entsprechende Färbung, oder sie sind, wie das Kieselguhrdynamit, manchmal mit Ocker gefärbt und dann orange, gelb oder rothbraun, geruchlos und plastisch, ähnlich wie frische Gartenerde. Die Dichte des Kieselguhrdynamites in Patronen ist 1,6. Dynamit Nr. 2 und 3 mit wirksamen Saugstoffen haben eine Dichte von 1,2 bis 1,3.

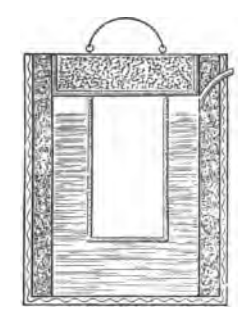
Dynamit theilt mit Nitroglycerin die meisten der physikalischen Eigenschaften und wirkt ebenso giftig. Auch das Dynamit friert unter + 8° zu einer harten Masse, wobei die äusseren Flächen der Patronen weisslich werden, da das Nitroglycerin sich zusammenzieht und aus der Kieselguhr zurücktritt. Der Zusammenhang der Patrone wird dadurch etwas locker, und dieselbe hat sich thatsächlich ein wenig ausgedehnt.

Wenn sodann die Dynamitpatrone wieder aufgethaut wird, so findet das Nitroglycerin seinen Weg nicht wieder in die ursprünglichen Poren, und es tritt ein theilweises Ausschwitzen des Nitroglycerins ein, wenn nicht bei der Zusammensetzung schon auf diese Eventualität Rücksicht genommen wurde.

Das Aufthauen erfolgt in Wärmekästen, Fig. 48. Dieselben bestehen aus doppelten Zinkblechgefässen, in welchen warmes Wasser von höchstens 70⁰ die Aufthauung besorgt. Das äussere Gefäss, sowie der Deckel sind durch Wärmeschutzmittel gegen Abkühlung gesichert.

B. Sprenggelatine ist bernsteinfarbig, durchscheinend, elastisch, lässt sich zerschneiden, biegen und drücken, ohne die Form zu verändern. Je älter sie ist, desto härter wird sie. In England soll gut hergestellte Sprenggelatine selbst bei wiederholtem Gefrieren und Aufthauen, sowie bei Deponirung durch sechs Tage und Nächte hindurch bei einer Temperatur von 32⁰ kein Nitroglycerin austreten lassen und nicht nur nicht zu einem Breie zerfliessen, sondern ihre Höhe um nicht mehr als ein Viertel vermindern, sowie scharfe Schnittflächen beibehalten. Sie soll ferner die Stabilitätsprobe mindestens zehn Minuten lang bestehen, doch wird sie gewöhnlich 40 bis 60 Minuten erreichen.

Fig. 48.



Die Herstellung von Sprenggelatine, wenn den obigen Bedingungen entsprechend, ist durchaus nicht leicht, und nur wenige Fabrikanten können ein solches Präparat unter allen Umständen erzielen. Die auf dem Continente erzeugte Sprenggelatine verhält sich in dieser Richtung minder günstig, was wohl eine Folge der weniger strengen Anforderungen ist. Sie lässt sich unter Wasser unbegrenzt lange Zeit aufbewahren, nimmt jedoch nach einiger Zeit ein milchiges Aussehen an, ohne dass die Sprengwirkung dadurch beeinträchtigt würde.

C. Gelatinedynamite sind je nach dem Procentsatze von Gelatine mehr oder weniger brüchig, haben aber im Allgemeinen den Charakter einer zähen Masse.

2. Mechanische Eigenschaften.

Die freiwillige Zersetzung von Dynamit kommt, ebenso wie die der Schiessbaumwolle, nur unter ganz ausserordentlichen Umständen vor. Authentische Fälle sind eigentlich nur in dem entsetzlichen Klima von Aden bekannt geworden, wo Sprenggelatine, die einige Jahre dem Sonnenbrande ausgesetzt, eingelagert war, explodirte. Unter den normalen

Temperaturverhältnissen lässt sich Dynamit fast überall anstandslos aufbewahren.

Fast alle Dynamite können durch glühende Körper oder durch eine Flamme entzündet werden. In kleinen Mengen werden sie bloss verbrennen, ohne zu explodiren. In grösseren Mengen werden sie durch die beim Verbrennen entstehende Wärme allmälig über ihre Explosionstemperatur erwärmt und detoniren sodann. So haben die englischen Explosivstoff-Inspectoren, als sie zehn Centner auf einmal in einem Holzhause verbrannten, zum Schlusse Detonation erzielt, während das österreichische Militärcomité selbst fest verschnürte Kisten nur verbrennen, aber nicht explodiren konnte.

Uebersättigte Dynamite explodiren selbst in kleinen Mengen, wenn man sie entzündet.

In jedem Falle ist es nicht gerathen, Dynamit einfach zu verbrennen, sondern, falls man irgend welche Mengen zu zerstören hat, übergiesse man sie nach der Vorschrift Dr. Dupré's mit Petroleum, worauf sie harmlos verbrennen.

Wird Kieselguhrdynamit auf offenem Uhrglase bei 70° exponirt, so verflüchtigt sich nach Hess das Nitroglycerin vollständig innerhalb 100 Stunden, aber selbst bei 40° können schon 10 Proc. und mehr in wenigen Tagen daraus verjagt werden. Langsam erhitzt, explodirt Kieselguhrdynamit bei 180°, wenn rasch erhitzt, bei 230°. Andere Dynamite haben ungefähr gleiche Explosionstemperaturen. Sprenggelatine explodirt nach Hess bei 204°, bei raschem Erhitzen bei 240°

Mit Kampher versetzte Sprenggelatine kann durch langsames Erwärmen nicht zur Explosion gebracht werden, sie verbrennt bloss unter Funkensprühen, wenigstens ist es Hess bei etwa 330° nicht gelungen, sie zur Explosion zu bringen. Im gefrorenen Zustande entzündet, können selbst kleine Mengen von Sprenggelatine explodiren.

Kieselguhrdynamit detonirt nach Hess bei einer Schlagarbeit von 0,75 Kilogrammmeter, wenn zwischen Stahl und Stahl geschlagen. In gefrorenem Zustande beträgt die Schlagarbeit 1 Kilogrammmeter. Gelatine explodirt erst bei einer Stossarbeit von $3^1/_2$ Kilogrammmeter. Dagegen ist gefrorene Sprenggelatine gegen Schlag viel empfindlicher.

Nach Versuchen der englischen Explosivstoff-Inspectoren explodirte weiche Sprenggelatine zwischen Bronzeplatten beim Falle eines Gewichtes von $26^1/_4$ kg aus einer Höhe von 3,66 m, gefrorene schon aus einer Höhe von 0,30 m. Gelatinedynamit zeigte sich im weichen, wie im gefrorenen Zustande ziemlich gleich, die Fallhöhe war 240 m bezw. 210 m.

Die Explosion wird wesentlich befördert durch die Natur der Unterlage und des schlagenden Werkzeuges. Nach den Versuchen von Bolley, Pestalozzi und Kundt explodirt Dynamit zwischen Eisen und Eisen, Eisen und anderem Metalle, seltener zwischen Stein und Stein, und gar nicht zwischen Holz. Wenn so geschlagen, explodirt gewöhnlich nur der direct getroffene Theil, wenn jedoch die Unterlage

aus Eisen oder Stahl besteht und die Masse im Verhältnisse zum Schlage nicht zu gross ist und zugleich genügende Fortpflanzung der Vibration zulässt, so ist eine Explosion des Ganzen sicher. Man macht hiervon insbesondere in der Militärtechnik zum Sprengen von Eisenconstructionen Gebrauch, indem man entweder Patronen zu beiden Seiten oder an den Längsenden eines nicht zu langen Trägers festbindet und nur eine davon zur Explosion bringt. Die zweite detonirt simultan mit. Aehnlich können auch zwei Dynamitpatronen in je ein Ende einer Röhre gesteckt und nur eine detonirt werden; in diesem Falle wirken sowohl die Wände der Röhre, wie die Luft selbst als Fortpflanzungsmedium für die Explosion.

Unter gewöhnlichen Umständen vertragen Dynamitpatronen, und natürlich noch mehr ganze Dynamitkisten, sehr rohe Behandlung, weil bei ihnen die Masse weich genug ist, um einen ganz bedeutenden Schlag noch ohne Schaden in sich aufnehmen zu können. In Kisten verpacktes Dynamit wurde von 30 bis 40 m Höhe aus Steinbrüchen herabgeworfen, auch an die Puffer von Eisenbahnwagen gebunden, welche man einen Abhang hinunterliess, ohne dass mehr geschah, als dass die Patronen zu Brei zerdrückt wurden. Mit einem Gewehre auf Dynamitbündel abgefeuerte Schüsse führten Explosion erst auf Entfernungen unter 60 Schritten herbei.

Gefrorenes Dynamit ist auf gewöhnliche Weise nicht zur Explosion zu bringen, und selbst sehr starke Zündhütchen sind ohne Einfluss; dagegen gelingt dies sicher, wenn man ein wenig mit Nitroglycerin getränkte Schiessbaumwolle aufsetzt.

In feuchter Luft soll gutes Dynamit nur wenig Wasser aufnehmen, höchstens etwa $^1/_4$ Proc. im Tage, und soll dabei kein Nitroglycerin austreten lassen. Dynamite mit wirksamen Saugstoffen werden sich nach dieser Richtung viel ungünstiger verhalten, und die Aufnahme von Feuchtigkeit wird unter Umständen mehrere Procente betragen.

3. Chemische Eigenschaften.

Da das Dynamit ein mechanisches Gemenge ist, so sind seine chemischen Eigenschaften eine Folge seiner Bestandtheile.

Die chemische Untersuchung des Dynamites erfolgt nach einer von Hess in den Mittheilungen des kaiserl. und königl. technischen und administrativen Militärcomités vom Jahre 1881 gegebenen Anleitung in folgender Weise:

1. Qualitative Untersuchung.

A. Nicht gelatinirte Dynamite. Man nimmt etwas fein vertheiltes Dynamit und behandelt es mit wasserfreiem Aether. Hierdurch werden das Nitroglycerin, sowie etwas vorhandenes Paraffin, Schwefel

und Harz aufgelöst. Der Aetherauszug wird auf einem Wasserbade bei etwa 30° von Aether befreit. Nimmt man einen Tropfen des zurückbleibenden Oeles mit einem Stückchen Fliesspapier auf, legt es auf einen Amboss und führt einen Schlag darauf, so muss Explosion erfolgen, wenn das Oel Nitroglycerin war. Löst man das Oel in Alkohol und versetzt es mit einer Lösung von Schwefelammon in Alkohol, so bildet sich zunächst Polysulfuret, und endlich scheidet sich Schwefel aus. Bringt man einen Tropfen des Oeles in eine mit Salzsäure versetzte Lösung von Eisenvitriol und erwärmt diese, so erhält man Stickoxydreaction. Bringt man einen Tropfen Nitroglycerins in eine mit verdünnter Schwefelsäure angesäuerte und mit wenig Zinkspänen versetzte Lösung von Jodkaliumstärkekleister, so wird die Flüssigkeit blau. Wenn der ölige Rückstand offenbar gleichförmig ist, sein spec. Gew. etwa 1,6 beträgt und keinen besonderen Geruch zeigt, so kann man annehmen, dass er nur aus Nitroglycerin bestehe. Hat man unreinen Aether angewendet, so werden sich dessen Verunreinigungen im Rückstande vorfinden. Sind mehr als Spuren von Schwefel, Paraffin oder Harz vorhanden, so scheiden sich dieselben aus dem Nitroglycerin aus. Um diese zu prüfen, nimmt man etwas von der ausgeschiedenen Substanz und presst sie zwischen Filterpapier ab. Der Schwefel scheidet sich in Krystallform ab und ist daran, sowie an dem Geruche und seiner Flamme beim Entzünden zu erkennen. Wenn man den von Aether befreiten Extract mit kaltem Alkohol behandelt, so bleibt Paraffin zurück. Etwa vorhandenes Harz lässt sich durch Kochen mit Sodalösung verseifen und aus der Seife durch Fällen mit Salzsäure wieder isoliren. Falls alle drei Stoffe gleichzeitig im Dynamite vorhanden sind, so decantirt man zuerst das Nitroglycerin und presst den Rückstand zwischen Filterpapier sorgfältig ab; man scheidet sodann durch Kochen mit Sodalösung zuerst das Harz ab, wäscht den Rückstand mit Wasser und trocknet ihn. Einen Theil desselben behandelt man mit Königswasser, um etwa vorhandenen Schwefel in Schwefelsäure zu verwandeln und in Form von Baryumsulfat nachzuweisen; einen anderen Theil kocht man mit Schwefelammonlösung, wobei sich der Schwefel unter Bildung von Ammoniumpolysulfuret löst, das Paraffin aber nach dem Erkalten als Kruste auf der Flüssigkeit schwimmt und sodann mit Wasser gewaschen, getrocknet und weiter geprüft werden kann.

Den Rückstand von der Extraction mit Aether prüft man hernach zunächst mikroskopisch, wobei man Kieselguhr, Holzmehl und Holzkohle durch Structur und Färbung erkennt. Braunkohle und Steinkohle werden durch die Natur ihrer trockenen Destillationsproducte (Braunkohle giebt Essigsäure oder essigsaures Ammon) unterschieden. Wenn man den Rückstand einäschert, so findet man neben der Holz- oder Kohlenasche die etwa sonst noch vorhandenen Mineralsubstanzen, welche sich ihrerseits auf bekannte analytische Weise erkennen lassen.

B. Gelatinedynamite. Man schneidet aus der Mitte der Patrone eine Scheibe heraus, zertheilt sie möglichst fein mit Hülfe eines Messers aus Horn oder Holz in kleine Würfel und übergiesst sie in einem kleinen Kölbchen mit einem Gemenge aus zwei Theilen wasserfreien Aethers und einem Theile wasserfreien Alkohols. Hierdurch erhält man Nitroglycerin, Collodiumwolle, sowie etwa vorhandene Beimengungen von Kampher, Harz, Paraffin und Schwefel in Lösung. Der Auszug wird mit einem Ueberschusse von Chloroform versetzt, wodurch die Collodiumwolle ausfällt. Man giesst die überstehende Lösung ab und presst den Rückstand zwischen Filterpapier. Die ausgeschiedene Collodiumwolle erkennt man an ihrer Entzündlichkeit, an der Explodirbarkeit durch Schlagen zwischen Hammer und Amboss, sowie an ihrem Verhalten gegen Schwefelnatriumlösung, von welcher sie beim Kochen gelöst wird. Beim Kochen mit Salzsäure und Eisenvitriol muss sie die Stickoxydreaction geben; die abgegossene Lösung wird auf 30^0 erwärmt, wodurch der grösste Theil des Aethers, Alkohols und Chloroforms verflüchtigt. Sodann steigert man die Temperatur bis auf 80^0, wodurch diese Lösungsmittel vollständig entfernt werden. Den Rückstand behandelt man dann in derselben Weise, wie dies beim Dynamite angegeben wurde. Falls man in dem von Nitraten und Chloraten befreiten Rückstande noch Trinitrocellulose vermuthet, so kann man dieselbe erkennen:

1. Durch Betrachtung unter dem Mikroskope im polarisirten Lichte. Die nicht nitrirte Cellulose hat dabei ein mattes Aussehen, während die Trinitrocellulose ein lebhaftes Farbenspiel zeigt.

2. Durch Kochen des Rückstandes mit Salzsäure und Eisenvitriol, wobei Trinitrocellulose die Stickoxydreaction giebt.

3. Durch Kochen des Rückstandes mit alkoholischer Aetzkalilösung und Filtriren. Wird das Filtrat mit Schwefelsäure schwach sauer gemacht, so lässt es freie Salpetersäure oder salpetrige Säure erkennen.

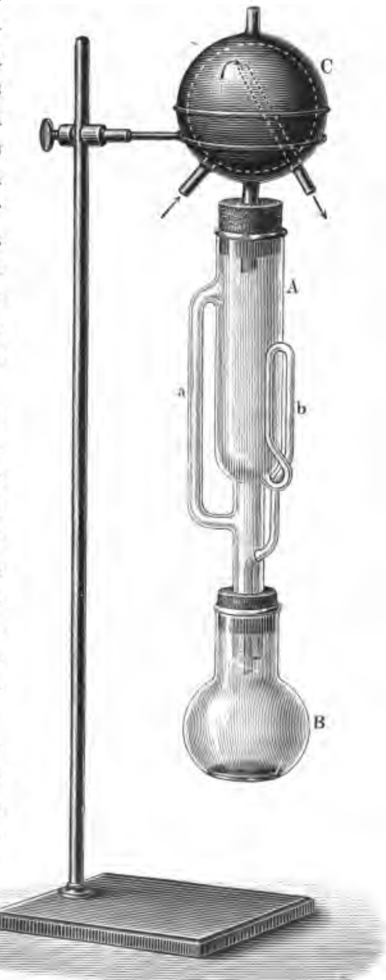
2. Quantitative Untersuchung.

A. Nicht gelatinirte Dynamite. Man extrahirt eine gewogene Menge von Nitroglycerin in einem Soxhlet'schen Extractionsapparate, wenn aus dem Dynamite Aether keine anderen Stoffe als Nitroglycerin auslaugt. Zu diesem Zwecke lässt man eine gewogene Menge Dynamit über Chlorcalcium in einem Exsiccator bis zur Gewichtsconstanz stehen. Exsiccatoren mit Schwefelsäure sind wegen der möglichen Unglücksfälle beim Verschütten nicht anzurathen. Das Trocknen im Exsiccator erfolgt am besten schon in dem kleinen Bechergefässe, welches zur Extraction selbst benutzt wird.

Der Soxhlet'sche Apparat ist in Fig. 49 abgebildet. Er besteht aus einem Glaskolben *B*, in welchen durch einen Korkstöpsel ein Glasrohr hineinreicht. An das Glasrohr ist ein Aufsatzbecher *A* angeschmolzen, welcher das kleine Bechergefäss mit dem Dynamite aufnimmt und an

seinem oberen Ende mit einem durchbohrten Korke verschlossen ist, durch welchen hindurch ein Rückflusskühler *C* aufgesetzt ist. Vom Boden des Aufsatzbechers zweigt ein unten geschlossenes Glasrohr *b* ab, welches in das Ablaufrohr eingeschmolzen und dazwischen zu einer Schlinge gebogen ist. Eine andere weitere Röhre *a* ist mit dem Aufsatzbecher oben und dem Ablaufrohre verbunden. Der Kolben wird auf ein Wasserbad gesetzt und das Ganze an einem starken eisernen Gestelle befestigt. Man erhält das Wasser auf einer Temperatur von 50⁰ und füllt den Kolben bis zur Hälfte mit wasserfreiem Aether. Der Aether verdunstet, steigt in den Aufsatzbecher und kühlt sich am Rückflusskühler ab, von wo er auf das Bechergefäss abtropft und das Nitroglycerin auslaugt.

Fig. 49.



Sobald der Aetherauszug bis zur Höhe des seitlich angeschmolzenen Ueberlaufrohres steigt, so wirkt dasselbe heberartig auf den Aufsatzbecher und zieht den ganzen Inhalt plötzlich in den Kolben ab. Dieses Spiel wiederholt sich so lange, bis man nach etwa zehnmaligem Wechseln des Aethers annehmen kann, dass sämmtliches Nitroglycerin ausgelaugt wurde.

Dieser Vorgang hat den Nachtheil, dass, wenn der Kolben nicht sehr langhalsig ist und man den Apparat nicht gegen strahlende Wärme schützt, der Aether in dem Aufsatzbecher mit verdunstet; ferner, dass aus dem Aetherauszuge selbst das Nitroglycerin in kleinen Spuren verdunstet und der Nitroglyceringehalt im Allgemeinen viel geringer gefunden wird, als er sein soll. Es ist deshalb vorzuziehen, das Dynamit in einem bedeckten Trichter auf ein getrocknetes und gewogenes Leinenfilter zu legen und durch häufiges Aufgiessen von Aether auszulaugen, doch ist auch hier darauf zu sehen, dass der Aether sich

nicht an den Wandungen der Gefässe zu hoch hinaufziehe und so Verlust an Nitroglycerin hervorrufe.

Der Aetherauszug wird in einem kleinen, zuvor gewogenen Becherglase gesammelt und auf einem Wasserbade bei sehr gelinder Temperatur durch Abdunsten von Aether befreit. Während des Abdunstens tritt ein Augenblick ein, wo die bis dahin klare Flüssigkeit sich in Folge der theilweisen Ausscheidung von Nitroglycerin aus dem Aether milchig zu trüben beginnt. Von diesem Momente an ist die Operation so lange zu beobachten, bis die Trübung wieder verschwindet, und das Becherglas hierauf sofort vom Wasserbade zu entfernen.

Das Nitroglycerin enthält nun noch geringe Mengen von Aether, eventuell etwas Essigäther, und wird, um es von diesen Spuren, sowie von etwa anhaftender Feuchtigkeit zu befreien, im Vacuum unter der Luftpumpenglocke über Chlorcalcium behandelt.

Das Nitroglycerin kann als rein gewogen werden, sobald es keinen Geruch nach Aether, Essigäther oder dergleichen mehr zeigt, und sobald zwischen zwei Wägungen nach erfolgter einmaliger Evacuirung keine merkliche Gewichtsdifferenz nachzuweisen ist.

Falls in dem Dynamite ausser dem Nitroglycerin noch Paraffin, Harz, Schwefel oder dergleichen anwesend waren, so wird der von Aether befreite Auszug nach dem Trocknen gewogen und in Sodalösung auf dem Wasserbade erwärmt. Hierbei geht das Harz in Lösung und kann durch Decantiren und Nachwaschen mit destillirtem Wasser von dem Reste getrennt werden. In dieser Lösung fällt man das Harz sodann durch Salzsäure, sammelt es auf einem bei 100° getrockneten und gewogenen Filter, wäscht, trocknet und wägt es sodann.

In dem Rückstande von der vorigen Operation nimmt man das Nitroglycerin mit hochprocentigem Alkohol auf, decantirt und spült das zurückbleibende Gemenge von Paraffin und Schwefel mit starkem Alkohol ab, trocknet und wägt es. Um den Schwefel von dem Paraffin zu trennen, erwärmt man das Gemenge mit einer wässerigen Lösung von Schwefelammonium, lässt erkalten, durchsticht die Paraffinschichte, decantirt, wäscht mit Wasser nach, trocknet und wägt das Paraffin. Die Menge des Nitroglycerins und des Schwefels wird aus den Differenzen gefunden.

Der Rückstand aus der Extraction, sofern er nur aus feuerbeständigen Stoffen besteht, wird im trockenen Luftstrome bei 60° getrocknet und gewogen, sodann eingeäschert und nach dem Erkalten wieder gewogen, um aus einer etwaigen Differenz zu erfahren, ob kleine Mengen von organischen Substanzen in dem Rückstande enthalten waren. Enthält er aber auch andere Bestandtheile, so wird der Rückstand zuerst auf einem Filter getrocknet und gewogen, sodann mit heissem, destillirtem Wasser behandelt und die Lauge eingedampft, bei 120° getrocknet und der Rückstand gewogen. Sind Carbonate vorhanden, so wird der Auszug, falls er keine chlorsauren Salze enthält,

wieder mit Wasser aufgenommen, mit Salzsäure neutralisirt, auf dem Wasserbade eingedampft, bei 120° getrocknet und abermals gewogen. Hierdurch werden die Carbonate in Nitrate verwandelt, ohne etwaige organische Extractivstoffe zu verändern, und aus der Differenz der beiden zuletzt ermittelten Gewichte berechnet man die Menge der vorhandenen Kohlensäure. Die trockene Masse wird hierauf geglüht, nach dem Erkalten mit Salpetersäure befeuchtet, von der freien Salpetersäure befreit und wieder geglüht, endlich nach dem Erkalten gewogen, und man hat dann alle durch Wasser extrahirten Salze als Nitrate vorhanden, die organischen Extractivstoffe aber zerstört. Die Differenz der beiden letzten Wägungen giebt sonach den Gehalt an organischen Extractivstoffen.

Wenn in dem wässerigen Extracte auch chlorsaure Salze enthalten waren, so muss man in demselben durch Fällung mit salpetersaurem Kalke die Kohlensäure als Calciumcarbonat bestimmen und in einem Theile desselben nach Eindampfen und Glühen die Chlorsäure in Form von Chlorsilber bestimmen. Die Menge der Salpetersäure ermittelt man in einem zweiten Theile des Extractes durch Ueberführung derselben in Ammoniak. In dem Rückstande von der Extraction mit Wasser können nur Holzkohle oder ähnliche organische Stoffe, sowie unlösliche Saugstoffe enthalten sein. Man beseitigt die organischen Stoffe durch Einäschern und wägt den Rest nach der Abkühlung, wodurch man das Gewicht der unlöslichen mineralischen Stoffe erhält. Sollten mehrere mineralische Aufsaugstoffe gleichzeitig vorhanden sein, so kann man dieselben nach bekannten Methoden aus dem Rückstande einzeln bestimmen. Sind mehrere organische Saugstoffe vorhanden, so kann man deren Verhältniss nur mehr annäherungsweise durch die organische Elementaranalyse schätzen.

Es wurde auch mehrfach vorgeschlagen, eine directe Stickstoffbestimmung im Dynamite vorzunehmen und daraus den Gehalt an Nitroglycerin zu berechnen. Das ist bei Kieselguhrdynamit oder ähnlichen, bloss einen mineralischen Saugstoff enthaltenden Dynamiten, aber auch nur bei diesen, ganz gut möglich, weil — wie früher erwähnt — der Stickstoffgehalt reinen Nitroglycerins stets ganz gleich ist.

B. Gelatinirte Dynamite. Man bereitet sich ein Muster, schneidet es mit einem Hornspatel in kleine Würfel und lässt dieselben fünf bis sechs Tage lang im Exsiccator über Chlorcalcium zur Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes stehen.

Das beste Mittel, um das Nitroglycerin und die Collodiumwolle aus dem gelatinösen Sprengmittel zu entfernen, ist die Behandlung mit Aetheralkohol. Hess hat auch hierfür den Soxhlet'schen Extractionsapparat vorgeschlagen. Es hat sich jedoch gezeigt, dass zur vollständigen Lösung der Nitrokörper aus einer nur wenige Gramme betragenden Menge mindestens 50 maliges Abhebern des Extractes nöthig ist, was etwa 24 Stunden lang dauert. Trotz aller Vorsicht ist ein Verdunsten

des Nitroglycerins dabei auch kaum zu vermeiden. Man ist deshalb neuestens von diesem Extractionsapparate wieder abgekommen und verwendet bloss ein Erlenmeyer'sches Kölbchen, in welchem man etwa 5 g des gelatinösen Explosivstoffes fein vertheilt, 200 ccm Aetheralkohol übergiesst und unter häufigem Schütteln einige Stunden lang lösen oder über Nacht stehen lässt. Die Lösung versetzt man mit einem Ueberschusse von Chloroform und filtrirt das zurückbleibende Gemenge durch ein getrocknetes und gewogenes Leinenfilter. Das Filtrat wird auf dem Wasserbade bei etwa 30° von Aetheralkohol und Chloroform befreit. Falls in demselben Kampher enthalten ist, so wird der Rückstand mit Schwefelkohlenstoff geschüttelt. Man kann auch den Aetherextract sofort filtriren und erst im Filtrate die Nitrocellulose durch Chloroform fällen, doch ist dies wegen der gelatinösen Natur der Lösung nicht genau.

Der Rückstand auf dem Filter kann noch Trinitrocellulose, sowie Zumischpulver enthalten. Man trocknet ihn bei 60° im trockenen Luftstrome und wägt ihn. Sodann verfährt man, wie bei dem Dynamite angegeben, zur Bestimmung löslicher Salze (Salpeter, chlorsaure Salze u. s. w.) und organischer Extractivstoffe. Einen Theil des Rückstandes kocht man sodann mit einer concentrirten Lösung von Schwefelnatrium, wodurch die Trinitrocellulose in Lösung geht. Man filtrirt durch ein gewogenes Filter, wäscht mit Wasser sorgfältig aus, trocknet und wägt. Aus dem Gewichtsverluste berechnet sich der Gehalt an Trinitrocellulose. Aus einem anderen Theile des Rückstandes zieht man mit verdünnter Salzsäure die etwa vorhandenen Carbonate von Kalk oder Magnesia aus und bestimmt im Auszuge die Basen, während der gewaschene, getrocknete und gewogene Rückstand sodann organische und mineralische Aufsaugestoffe enthält. Letztere lassen sich durch Einäschern bestimmen. Da die Extraction der Nitrokörper aus dem Gelatinedynamite niemals ganz genaue Resultate ergiebt und die Bestimmung der Zumischpulver besser mit grösseren Mengen vorgenommen wird, so empfiehlt es sich, eine grössere Partie des Explosivstoffes vorzubereiten und stets aliquote Theile desselben gesondert zur Bestimmung der einzelnen Bestandtheile zu benutzen. Man wird so zu genaueren Resultaten gelangen und kann eine Analyse in viel kürzerer Zeit beendigen.

Dr. Scheiding schlägt vor, die Sprenggelatine zuerst mit Aether allein zu behandeln, wodurch bloss das Nitroglycerin entfernt wird. Hierauf zieht er den Salpeter mit kochendem Wasser aus, und aus dem Rückstande durch Essigäther die Nitrocellulose. Wenn der Gehalt an Trinitrocellulose zu bestimmen ist, so extrahirt er zuerst mit Aetheralkohol und dann mit Essigäther.

3. Stabilitätsprobe.

Dieselbe wird nach der im Anhange gegebenen Vorschrift ausgeführt. Das Dynamit soll dieselbe mindestens 15 Minuten lang bestehen.

4. Untersuchung auf das Ausschwitzen.

Für die längere Lagerung, sowie für den Transport in warmen Klimaten ist die Untersuchung des Dynamites auf seine Fähigkeit, das Nitroglycerin dauernd aufgesaugt zu erhalten, von grosser Wichtigkeit. In England besteht die Vorschrift, dass es bei dreimal wiederholtem Frierenlassen und Aufthauen kein Nitroglycerin austreten lasse, ebenso dass es einer Temperatur von 30° durch acht Tage und Nächte ausgesetzt sein könne, ohne Nitroglycerin abzuscheiden.

Hat man ferner Dynamit nach feuchten Klimaten zu schicken, so thut man gut, dasselbe über einem mit Wasser gefüllten Gefässe unter einer Glasglocke 24 Stunden lang aufzubewahren, und sowohl die Zunahme an Feuchtigkeit, wie etwa ausgeschiedenes Nitroglycerin durch Wägung zu bestimmen.

5. Extraction von Nitroglycerin.

Wenn man aus irgend einem Grunde, sei es zur Stickstoffbestimmung oder zur Abmischung für Versuchszwecke, reines Nitroglycerin benöthigt, so kann man es am einfachsten und raschesten aus gewöhnlichem Kieselguhrdynamite erhalten, indem man in die Spitze eines Glastrichters einen Pfropfen von Glaswolle legt und darüber loses Dynamit ziemlich dicht eindrückt. Auf das Dynamit schüttet man sodann destillirtes Wasser und lässt das Ganze, nachdem man ein Becherglas unter den Trichter gestellt hat, einige Zeit ruhig stehen. Nach etwa einer halben Stunde hat das Wasser begonnen, das Nitroglycerin aus dem Dynamite zu verdrängen, und ersteres fliesst in das Becherglas ab. Da es durch die Kieselguhr hindurchgegangen ist, so ist es zugleich vollständig wasserhell und rein. Auch enthält es, wenn man das Becherglas rechtzeitig entfernt, kein Wasser.

Sicherheitssprengstoffe.

Im Jahre 1873 hat Dr. Hermann Sprengel in London grosses Aufsehen damit erregt, dass er eine ganze Anzahl von Sprengmitteln angab, welche bedeutende Kraft entwickeln sollten und von den bisherigen Zusammensetzungen wesentlich abwichen. Er machte zwei Arten von Explosivstoffen, flüssige und feste. Die flüssigen stellte er in der Weise her, dass er Nitrokohlenwasserstoffe in Salpetersäure löste. Bei den festen Explosivstoffen nahm er chlorsaures Kali als Sauerstoffträger an, das er durch Anfeuchten mit Wasser und Pressen in die Form eines porösen Kuchens brachte, welcher sodann in einen Kohlenwasserstoff oder Nitrokohlenwasserstoff eingetaucht wurde.

Obzwar diese Explosivstoffe in der von Sprengel angegebenen Zusammensetzung trotz vielfacher Versuche nicht dauernd in der Praxis

Verwendung finden konnten, so waren sie doch die Basis, auf welcher später eine grosse Anzahl von sogenannten Sicherheitssprengstoffen aufgebaut wurden, welche heute ein bedeutender Factor in der Explosivindustrie geworden sind.

Schwarzpulver und ähnliche unter grosser Wärmeentwickelung verbrennende Explosivstoffe, ebenso, wie fast alle hochexplosiven Stoffe, besonders, wenn sie einen Zusatz eines langsamer verbrennenden Zumischpulvers haben, können in Folge ihrer Wärmeentwickelung Mischungen von Grubengas und Luft in Schlagwettergruben entzünden und verursachen dadurch alljährlich grosse Opfer an Menschenleben. Mallard und Le Chatelier haben im Auftrage der französischen Explosivstoffcommission eine Studie über die Verbrennungstemperatur gemacht, welche zur Zündung von Schlagwettern erforderlich ist. Sie fanden, dass Schlagwetter bis auf 650^0 erwärmt werden müssen und diese Temperatur wenigstens zehn Secunden lang aufrecht erhalten werden muss, um ihre Entzündung herbeizuführen.

Um die Temperatur der Explosionsgase abzukühlen, hat man frühzeitig nach Mitteln gesucht, welche entweder eine Atmosphäre von Wasserdampf um die Sprengmittel herum vorsahen, oder welche mindestens einen feuchten Besatz des Bohrloches gestatteten.

Settle schlug die sogenannte Wasserpatrone vor, bei welcher die Patrone in eine zweite Hülse gesteckt war und der Zwischenraum mit Wasser ausgefüllt wurde. Dies bot bei der Verladung Umständlichkeiten und erforderte natürlich bedeutend grössere Bohrlöcher, dennoch war die Sicherheit keine unbedingte.

Später hat man einen Besatz von feuchtem Moose, ferner eine Gelatine mit grossem Wassergehalte, feuchten Sand und dergleichen als Besatz benutzt.

Eigene Versuche des Verfassers haben erwiesen, dass ein Besatz von nur 3 cm aus Lehm oder selbst Kohlenstaub schon genügend ist, die Sicherheit eines Sprengstoffes mehr als zu verdoppeln, d. h., die zur Zündung erforderliche Ladungsmenge auf das Zweifache zu erhöhen.

Geleitet von der Erwägung, dass in dem später zu erwähnenden Sodawetterdynamite die stark krystallwasserhaltige Soda die Kühlung der Gase bewirkt, während das Securit ursprünglich oxalsaures Ammon statt des kohlensauren Natrons zu dem gleichen Zwecke enthielt, und ersteres sich als sehr wirksam erwies, hat Bergrath Lohmann in Neunkirchen schon im Jahre 1889 vorgeschlagen, man sollte das gewöhnliche Schwarzpulver mit oxalsaurem Ammoniak versetzen, wodurch grosse Sicherheit wahrscheinlich sei.

Da durch die neue englische Gesetzgebung in Bezug auf die Verwendung von Explosivstoffen in Schlagwettergruben die Schwarzpulverindustrie hart bedroht war, hat dieselbe nach einem Auswege gesucht. Seit Juli 1898 wird denn auch eine Schwarzpulverpatrone hergestellt,

welche die amtliche Sicherheitsprüfung bestanden hat und sonach zum Gebrauche in Schlagwettergruben gestattet wird. Dieselbe, „Elephant-Pulver“ genannt, besteht aus einer Papierhülse von 9″ Länge und $1^1/_2$″ Durchmesser. Sie ist mit Pappenpfropfen von 6 mm Dicke geschlossen. Im Inneren ist sie in zwei Abtheilungen getheilt, von denen die grössere 5″ und die kleinere etwas mehr als 3″ tief ist. In der grossen Kammer befindet sich feinkörniges Schwarzpulver von bester Qualität, die kleine Kammer ist mit krystallförmigem Ammoniumoxalat gefüllt. Der die beiden Kammern trennende Pappenpfropfen hat ein Loch von 1″ im Durchmesser, welches mit feinem Drahtgewebe bedeckt ist. Die Zündung erfolgt durch eine Sicherheitszündschnur, welche durch die Oxalatkammer in den Raum für das Schwarzpulver hindurchgeht. Es wird für diese Patrone grosse Sicherheit und viel Bequemlichkeit beim Laden und Abfeuern gerühmt.

Ein anderes Oxalatpulver von Greaves und Hann besteht aus 71 Thln. Kalisalpeter, 14 Thln. Holzkohle und 15 Thln. Ammoniumoxalat. Seine Kraftleistung soll der von Schwarzpulver gleich, und seine Sicherheit nach englischen Erfordernissen genügend sein.

In Folge der Verzögerung bei der Entzündung ist es möglich, Explosivstoffe anzuwenden, deren Explosionstemperatur 650^0 weit übersteigt und die französische Schlagwettercommission hat denn gefunden, dass, wenn die Explosionstemperatur des Sprengstoffes 2200^0 nicht überschreitet, zehnprocentige Schlagwetter nicht entzündet werden.

Diese Erwägungen haben dann dazu geführt, Explosivstoffe zu combiniren, deren Explosionstemperatur unter diesem Maximum liegt. Als ausgezeichnetsten Bestandtheil fand man Ammoniaksalpeter, welcher für sich allein schon unter Umständen einen kräftigen Explosivstoff abgiebt, und dessen Zersetzungswärme eine ausserordentlich niedrige ist. Dieser letztere Umstand gestattet es, geringe Beimengungen zu machen, welche die Entzündlichkeit des Sprengstoffes befördern, ohne wesentlich, mindestens nicht über die Gefahrsgrenze hinaus, die Explosionstemperatur zu erhöhen. In erster Linie hat die französische Regierung Pulver aus Schiessbaumwolle und Ammoniaksalpeter hergestellt und bringt sie seitdem in den Verkehr. Ihre Zusammensetzung ist wie folgt:

		Für Gestein	Für Kohlenflötze
Collodiumwolle	auf Trockengewicht	20	9,5
Ammoniaksalpeter	berechnet	80	90,5

Dieselben entsprechen folgender Zusammensetzung (nach der Vieille'schen Formel):

20/80 Pulver $C_{24}H_{32}N_8O_{36} + 127{,}4\,NH_4NO_3$,
9,5/90,5 „ $C_{24}H_{32}N_8O_{36} + 50{,}4\,NH_4NO_3$.

Als Rohmaterialien werden Collodiumwolle und käuflicher Ammoniaksalpeter verwendet. Letzterer wird durch Siebe von 3 mm Maschenweite gesiebt und enthält 2 bis 3 Proc. Feuchtigkeit. Die Collodium-

wolle wird bis auf etwa 12 Proc. Feuchtigkeit getrocknet. Das Gemenge der beiden Materialien wird auf Kollergängen bei 6 Proc. Feuchtigkeit gemahlen. Die Läufer wiegen 500 kg und machen zehn Umdrehungen pro Minute.

Die Beschickung ist 10 kg und die Bearbeitung dauert eine Stunde einschliesslich Beschickung und Entladung. Am Schlusse der Operation werden die Läufer von Hand einmal herumgedreht, wodurch eine Art Kuchen entsteht. Derselbe wird zu Körnern von etwa 3 mm Durchmesser auf drei Ledersieben ohne Körnscheibe durchgearbeitet, sodann wird die Masse 24 Stunden lang getrocknet, hierauf abermals in einem Körnapparate aus drei Ledersieben, jedoch unter Anwendung einer Körnscheibe, zu Körnern verarbeitet. Man macht zwei Scheidungen der Körner, solche zwischen 3 und 0,65 mm und solche darunter. Die Körner zwischen 3 und 0,65 mm werden drei Stunden lang getrocknet und in dicht geschlossenen Gefässen zur Presse gebracht. Ihr wirkliches specifisches Gewicht ist 1,47 und ihre volumetrische Dichte 0,50. Die Körner unter 0,65 mm werden als Zündmischung, wie später erwähnt, verwendet. Die getrockneten Körner zwischen 3 und 0,65 mm werden zu Patronen mit centralen Zündcanälen gepresst. Man macht zwei Gattungen von Patronen von folgenden Verhältnissen:

Gewicht der Patronen	Der Cylinder				Durchmesser des Zündcanales	Gewicht der pulverförmigen Füllung des Zündcanales
	Anzahl für eine Patrone	Gewicht	Höhe	Durchmesser		
g		g	mm	mm	mm	g
100	3	28	53	30,2	13	16
50	2	21,5	39,5	30,2	13	7

Das wirkliche specifische Gewicht der gepressten Cylinder ist 0,906 und das mittlere specifische Gewicht der Patronen 0,878.

Die Cylinder werden zusammen zu einer Patrone in Papier gewickelt und sowohl seitlich, wie an einem Ende mit Leim verschlossen. Hierauf werden die Patronen in geschmolzenes Paraffin getaucht, die pulverförmige Masse in den Zündcanal eingeschüttet und durch Aufstossen auf einen Tisch verdichtet; das andere Ende der Patrone wird dann geschlossen und gleichfalls in Paraffin getaucht. Hierauf werden die Patronen noch zweimal mit Paraffin überzogen. Je 14 kg dieser Patronen kommen in eine Kiste aus Zinkblech, welche mit leicht schmelzbarem Lothe verlöthet wird. Bei der Verwendung dieser Patronen wird das eine Ende geöffnet und ein Zündhütchen von $2^1/_2$ g Knallquecksilberfüllung in die pulverförmige Seele eingeführt. Zündhütchen mit geringerer Ladung bringen die Detonation nicht sicher zu Stande.

Die österreichische Regierung hat im Verlaufe des Jahres 1897 sich bemüht, ein für Schlagwetter geeignetes Sprengmittel zu finden,

welches, ohne mit bestehenden Patenten zu collidiren, von ihr erzeugt werden könnte. Nach vielfachen, in mancher Beziehung sehr interessanten Versuchen hat sie sich für ein Pulver entschieden, das aus $91^1/_2$ Proc. Ammoniaksalpeter und $8^1/_2$ Proc. todtgemaischter Gewehrpulvernitrocellulose von 12,3 Proc. Stickstoff besteht. Für solche Strecken, wo es sich um kräftigere Wirkung handelt, wurde ein Schlagwetterdynamit hergestellt, welches aus 52 Proc. Nitroglycerin, 14 Proc. Kieselguhr und 34 Proc. Ammoniakalaun besteht. Im Jahre 1898 hat die Regierung jedoch ein von Mayr und Roth in Felixdorf erzeugtes Pulver adoptirt, welches unter dem Namen Dynammon in den Handel gebracht wurde, und aus 95 Proc. Ammoniaksalpeter und 5 Proc. aus verwestem Holze hergestellter Kohle besteht. Seine Sicherheit soll sehr gross, und seine Wirkung dem Dynamite Nr. II nahe sein.

Von eigentlichen auf Grund der Sprengel'schen Versuche aufgebauten Sicherheitssprengstoffen giebt es die folgenden:

Roburit, von Dr. C. Roth, bestehend aus:

Ammonnitrat	87,5	Proc.
Dinitrobenzol	7	„
Ammonsulfat	5	„
Kaliumpermanganat	0,5	„

Ursprünglich wurde Roburit mit Nitronaphtalin hergestellt und dasselbe sollte durch Behandlung mit Salzsäure chlorirt werden. In Deutschland wurde dies aufgegeben. In England muss die Chlorirung des Nitrobenzols noch stattfinden.

Bellit, von Karl Lamm, besteht aus:

92,5 Thln. Metadinitrobenzol,
7,5 „ Ammoniaksalpeter.

Die beiden Bestandtheile werden in einer mit Dampf geheizten Trommel gemischt, wodurch das bei 90° schmelzende Dinitrobenzol den Ammoniaksalpeter einhüllen soll. Vor dem Erkalten wird die Masse zu Patronen gepresst, die ein specifisches Gewicht von 1,25 haben.

Securit, von Schöneweg, besteht aus:

Mono- und Dinitrobenzol	29	Proc.
Ammonnitrat	37	„
Kaliumnitrat	34	„

Westphalit, von der Westphälisch-Anhaltischen Sprengstoff-Actiengesellschaft in Coswig; die Zusammensetzung dieses Explosivstoffes hat häufig gewechselt, die neueste scheint zu sein:

Ammoniaksalpeter	92	Proc.
Harz	5	„
Kaliumbichromat	3	„

Das Harz wird in Alkohol gelöst, die Lösung auf den Ammonsalpeter gegossen und das Ganze in einer Kugelmühle eine bis zwei Stunden lang behandelt. Das Gemenge wird sodann erwärmt, um das

Lösungsmittel auszutreiben und nach weiterem Mahlen in Patronen gefüllt. Um die Lösung des Harzes zu befördern, wird dem Alkohol etwas Salpetersäureäthyläther von der Knallquecksilberfabrikation zugegeben.

Dahmenit, von Hans Ritter von Dahmen in Castrop, besteht aus:

Ammoniaksalpeter	91,3	Proc.
Naphtalin	6,5	"
Kaliumbichromat	2,2	"

Auch diese Zusammensetzung hat häufig gewechselt und scheint eine endgültige Zusammensetzung, wie bei den meisten Sicherheitssprengstoffen, noch nicht erreicht zu sein.

Progressit, von der Nobel'schen Fabrik in Pressburg, besteht aus:

Ammoniaksalpeter	89,1	Proc.
Anilinchlorid	4,7	"
Ammoniumsulfat	6	"
Farbstoff	0,2	"

Köln-Rottweiler Sicherheitssprengpulver:

Ammoniaksalpeter	93,0	Proc.
Leinöl	4,9	"
Schwefel	1,2	"
Barytsalpeter	0,9	"

Ammonit oder Favier's Explosivstoff:

Ammoniaksalpeter	88	Proc.
Dinitronaphtalin	12	"

Ausser den obigen Sprengstoffen giebt es noch eine Anzahl anderer Sicherheitssprengstoffe, welche sich der Zusammensetzung des Dynamites nähern.

Solche sind:

Kohlencarbonit, von Schmidt und Bichel in Schlebusch:

Nitroglycerin	25	Proc.
Natriumnitrat	30,5	"
Roggenmehl	39,5	"
Kaliumbichromat	5	"

Soda-Wetterdynamit von der Rheinisch-Westphälischen Sprengstoff-Actiengesellschaft:

Nitroglycerin	52	Proc.
Kieselguhr	14	"
Krystallsoda	34	"

Grisoutit:

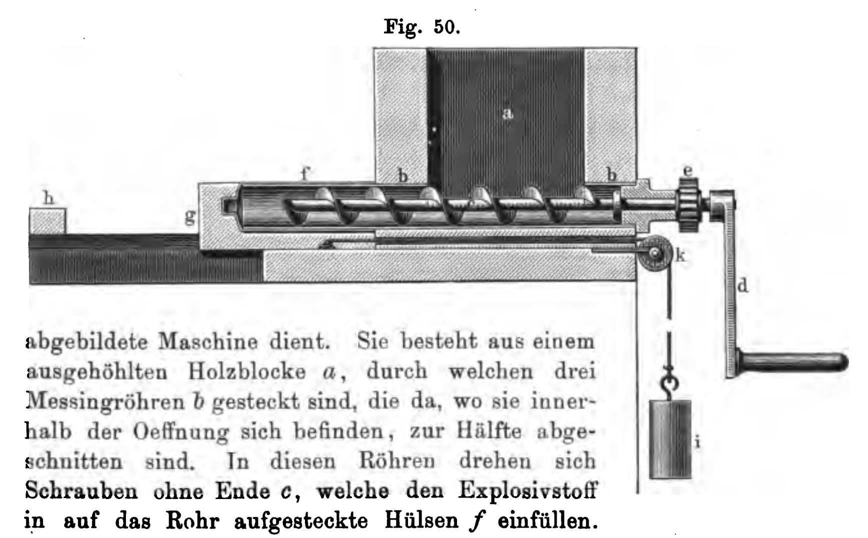
Nitroglycerin	52,9	Proc.
Magnesiasulfat ($MGSO_4 + 7\,H_2O$)	32,7	"
Kieselguhr	14,4	"

Es giebt ausserdem noch eine grosse Anzahl von Variationen der verschiedenen Sprengstoffe, die sich natürlich sehr vervielfältigen lassen.

Die Erzeugung dieser Sprengstoffe erfolgt meist durch Vermahlen der einzelnen Bestandtheile unter geheizten Kollergängen und nach-

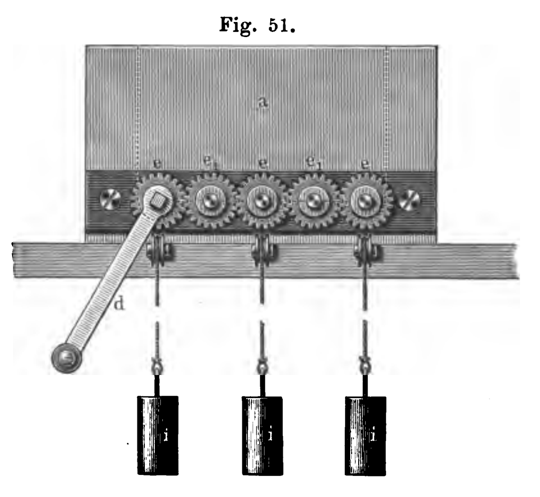
heriges Vermengen in Mengetrommeln, oder auf Siebmischmaschinen. Die Masse wird sodann in Paraffinpapier-Patronen oder in Hülsen aus Zinnfolie eingebracht, wozu bei Ammonit die in Fig. 50 und 51

Fig. 50.



abgebildete Maschine dient. Sie besteht aus einem ausgehöhlten Holzblocke *a*, durch welchen drei Messingröhren *b* gesteckt sind, die da, wo sie innerhalb der Oeffnung sich befinden, zur Hälfte abgeschnitten sind. In diesen Röhren drehen sich Schrauben ohne Ende *c*, welche den Explosivstoff in auf das Rohr aufgesteckte Hülsen *f* einfüllen. Die Hülse liegt dabei auf einem kleinen Schlitten *g*, welcher durch ein Gewicht *i* gegen das Rohr angepresst wird, und in seinem Gange durch die Anschlagleiste *h* begrenzt wird. Die Schrauben *c* haben an dem freien Ende Zahnräder *e*, welche durch Zwischenräder e_1 mit einander verbunden sind, so dass durch Drehen an der Kurbel *d* sämmtliche Schrauben zugleich bewegt werden. Die Hülsen haben einen kleinen geschlossenen Ansatz, ähnlich wie die Malertuben, zum Einstecken des Zündhütchens, am Boden jedoch sind sie mit einem Gewindedeckel versehen, welcher das Einfüllen gestattet; sie werden dann in Paraffin getaucht. Zur Einführung der Zündhütchen schneidet man den Ansatz auf, steckt das Zündhütchen mit der Zündschnur ein und kneift das Ganze mit einer Zündhütchenzange fest.

Fig. 51.



Eine ähnliche Maschine, jedoch mit Dampfbetrieb und einer

Schaufelwelle in der Einfüllgosse zur Lockerhaltung des Materiales, ist in Frankreich in Gebrauch.

Solche Sicherheitssprengstoffe bilden meist gelbliche oder bräunliche Pulver von einer Dichte von 0,9, die nach einiger Lagerung in Folge von Feuchtigkeitsanziehung des Salpeters ziemlich hart zusammenbacken und vor dem Gebrauche durch Rollen oder Drücken wieder in Pulverform gebracht werden müssen, um mit Sicherheit zu explodiren. Sie müssen sämmtlich durch sorgfältige Umhüllung vor Feuchtigkeit geschützt werden, welche von dem Ammoniaksalpeter begierig aufgesaugt wird. In Folge ihrer geringen Dichte und ihrer relativ schwachen Kraftentwickelung müssen die Patronen einen grossen Durchmesser haben, was zur Folge hat, dass beim Gebrauche die Bohrlöcher kostspieliger ausfallen, als mit anderen, kräftigeren Explosivstoffen. Sofern solche Sicherheitssprengstoffe nicht mit Nitroglycerin hergestellt sind, sind sie natürlich dem Gefrieren nicht ausgesetzt, auch sind sie gegen Schlag und Stoss nahezu unempfindlich und können in Deutschland und Oesterreich mit gewöhnlichen Zügen befördert werden. Angezündet lassen sie sich kaum verbrennen, und selbst, wenn es gelingt, dieselben in Brand zu bringen, so tritt mehr ein Schmelzen des Ammoniaksalpeters als ein Verbrennen ein. Manche von ihnen, welche Nitrobenzol oder Nitronaphtalin enthalten, sind nicht ohne Nachtheil für die Zusammensetzung der Wetter in den Gruben und verursachen den Arbeitern Athembeschwerden, manchmal sogar noch bedeutendere Uebelkeiten, wenn die Explosion nicht vollständig stattgefunden hat und ein Theil herausbrennt. Ein Nachtheil dieser Explosivstoffe ist ferner darin zu finden, dass bei der geringsten Aenderung in der Zusammensetzung, sei es durch Anziehung von Feuchtigkeit oder durch grössere oder geringere Körnung, die Explosion nicht vollständig sicher gestellt wird und ein Theil in den Bohrlöchern zurückbleibt.

Ueber die durch solche Explosivstoffe gebotene Sicherheit und die Versuche zur Bestimmung des Grades dieser Sicherheit sind ganze Bände geschrieben worden. Fast alle grossen Kohle producirenden Länder haben eigene Schlagwettercommissionen ernannt, welche in besonderen Versuchsstrecken sämmtliche mit solchen Explosivstoffen verknüpften Umstände sorgfältig prüften. So gewissenhaft auch diese Versuche überall durchgeführt wurden, so sind die Resultate doch von auffälliger Verschiedenheit, und vielleicht nichts charakterisirt diese Verschiedenheit so sehr, als die Versuche, welche Oesterreich in den Versuchsstrecken von Mährisch-Ostrau und Segen-Gottes durchführen liess, wobei ein und derselbe Explosivstoff sich bedeutend sicherer in der einen Versuchsstrecke als in der anderen zeigte.

Das Maass der Sicherheit, welche ein Explosivstoff bieten soll, wurde auch verschieden genommen. Während z. B. in den meisten Versuchsstrecken Schlagwetter direct aus der Grube genommen wurden, um zu den Versuchen zu dienen, hat die Schlagwettercommission des



Bergbauvereines im nördlichen England, und mit ihr die englische Regierung, gewöhnliches Leuchtgas verwendet. Letzteres ist ausserordentlich leichter entzündlich als Grubengas, und man hat sich deshalb auch veranlasst gefunden, die Versuchsmenge für die Explosivstoffe bedeutend herabzusetzen. Während nun die Verwendung von z. B. Gelatinedynamit in Schlagwettergruben in Deutschland als durchaus ausgeschlossen gilt, hat sich dasselbe bei den englischen amtlichen Proben als genügend sicher bewährt; ja bei der letzteren hat man ausser Schwarzpulver und Kieselguhrdynamit wohl kaum einen Explosivstoff, der die Probe nicht bestehen könnte. Die österreichische Regierung hat sich bei ihren Versuchen damit begnügt, einen Explosivstoff dann für sicher zu erklären, wenn 100 g desselben, in Pergamentpapier gepackt, freistehend oder freiliegend zur Explosion gebracht, unter keinen Umständen zünden, weil angenommen wurde, dass unter Umständen eine Patrone herumliegen und explodiren könnte. Andererseits giebt es Explosivstoffe, welche, selbst in Mengen von 600 g in einem Mörser unbesetzt abgeschossen, weder Schlagwetter für sich, noch mit Kohlenstaub gemischt, zur Entzündung brachten.

Am allersichersten scheint sich bisher das Kohlencarbonit gezeigt zu haben. Mit einer einzigen Ausnahme ist kein Fall bekannt geworden, wo eine Zündung damit hervorgebracht werden konnte. Dieser eine Fall ist ein bisher unaufgeklärtes Ergebniss; als man nämlich in der Wetterstrecke im Norden Englands nach vergeblichen Versuchen, eine Zündung mit Carbonit hervorzubringen, dasselbe freiliegend detonirte, zündete der erste Schuss.

Nach der Ansicht des Verfassers wäre es wünschenswerth, dass dem Consumenten ein Maassstab an die Hand gegeben werde, der es ihm ermöglicht, den Grad der Sicherheit der einzelnen Sprengstoffe selbst zu beurtheilen, da ihm in einzelnen Ländern, besonders in England, die Verpflichtung obliegt, den besten und sichersten Sprengstoff zu wählen. Wird ein Explosivstoff von Staatswegen als sicher erklärt, so nimmt man dem Fabrikanten und dem Consumenten die Verantwortung ab. Es wäre deshalb wohl am vortheilhaftesten, wenn die Fabrikanten ihre Explosivstoffe in einer staatlichen Anstalt versuchen lassen könnten, wobei sie anzugeben hätten, welche Maximalquantitäten bei Beobachtung genau bestimmter Verpackung, Ladung und Zündung ein gewisses Gemenge von Grubengas oder Leuchtgas für sich oder mit Kohlenstaub gemischt nicht zur Entzündung bringen. Damit hat der Consument bestimmte Daten zur Auswahl seines Sprengstoffes.

Rauchlose Pulver.

Schon zur Zeit der Erfindung der Schiessbaumwolle sah man voraus, dass dieser hochexplosive, mit wenig Rauch verbrennende Stoff

ein geeignetes Mittel zum Schiessen aus Kanonen und Gewehren sein könnte, und thatsächlich waren die ersten Bestrebungen darauf gerichtet, die Schiessbaumwolle für diesen Zweck geeignet zu machen. Es ist bekannt, wie insbesondere die österreichische Regierung durch den Hauptmann v. Lenk an der Vervollkommnung der Schiessbaumwolle für militärische Zwecke arbeitete, wie v. Lenk die Brisanz und die Stabilität zu vervollkommnen bemüht war und wie trotzdem seine Versuche fehlschlugen.

Später hat Hauptmann Schultze ein eigentliches Schiessbaumwollpulver aus Holznitrocellulose dargestellt, von welchem noch ausführlich die Rede sein wird. Es ist dies wohl der Anfang zu den modernen rauchlosen Pulvern gewesen, wenngleich Schultze's Pulver nur in kleine Blättchen zerschnittene, nicht besonders verarbeitete Holznitrocellulose mit Beimischung von Salpeter war.

Zum Verständnisse des Folgenden sei vorausgeschickt, dass schon im Jahre der Erfindung der Schiessbaumwolle ihre Eigenschaft bekannt war, sich in verschiedenen Lösungsmitteln zu einer mehr oder weniger festen Gelatine zu lösen und nach dem Abdampfen des Lösungsmittels eine dünne Haut zurückzulassen.

Im Jahre 1847 beschrieb Forstrath Hartig die mikroskopischen Eigenschaften der Schiessbaumwolle und erwähnte das Verhalten derselben beim Auflösen in Essigäther, sowie Schiessversuche mit der nach dem Verdampfen zurückgebliebenen Haut. Im selben Jahre, in einem Briefe an Pelouze, welcher in den „Comptes rendus“ 1847 veröffentlicht wurde, erwähnt Professor De Vrij in Rotterdam, dass Aceton ein Lösungsmittel für Pyroxylin sei, und in demselben Bande der Comptes rendus berichtet Richter über die Löslichkeit von Pyroxylin in Aethyl- und Methylacetat.

Nichtsdestoweniger wurden erst im Jahre 1882 von Reid und Johnson die Veränderungen der Schiessbaumwolle durch Lösungsmittel nutzbar verwerthet. Dieselben körnten die Schiessbaumwolle und unterzogen die Körner einem Härtungsverfahren, indem sie dieselben durch Behandlung mit einem Lösungsmittel an der Oberfläche gelatinirten und so nach dem Trocknen einen dichten Ueberzug hinterliessen.

Die französische Regierung hat, wie es scheint, im Jahre 1884, Versuche zur Herstellung des E. C.-Pulvers von Reid und Johnson gemacht und bei dieser Gelegenheit dürfte sie der ganzen Sache rationell näher getreten sein. Im Jahre 1886 wurde dann die Welt mit dem sogenannten B.-Pulver, welches eine Erfindung von Vieille war, überrascht, und sehr bald darauf hat Nobel mit seinem aus Nitroglycerin und Schiessbaumwolle bestehenden Ballistit ein ähnliches, wenn auch in seiner Zusammensetzung verschiedenes Pulver herausgebracht.

Es hat natürlich sofort eine grosse Anzahl von sogenannten rauchlosen, rauchschwachen, rauchfreien u. s. w. Pulvern gegeben, die zum Theile unter Verwendung von chlorsaurem Kali, zum Theile aber in ver

schiedenen Mischungen hergestellt waren. Im Anfange waren alle diese Pulver höchst unvollkommen. Die Thatsache jedoch, dass Frankreich das Vieille'sche Pulver sofort in seine Armee einführte, zwang die anderen Armeen, so rasch als möglich selbst ein solches rauchloses Pulver zu verwenden, ehe deren Eigenschaften und Wirkungsweise vollständig bekannt waren, und dies ist die Ursache, warum in den ersten Jahren des Auftretens des rauchlosen Pulvers so vielfach widersprechende, zum Theile ungünstige Urtheile über rauchloses Pulver im Allgemeinen und einzelne Classen im Besonderen auftauchten. Gegenwärtig lässt sich wohl behaupten, dass die Periode grosser Verbesserungen in rauchlosen Pulvern vorüber ist. Es haben sich allmälig zwei Typen herausgebildet; die eine Gruppe umfasst alle Pulver, welche aus Nitrocellulose allein, bloss unter Zuhülfenahme eines Lösungsmittels, hergestellt sind, die andere jene Schiessmittel, welche aus Nitrocellulose und Nitroglycerin, oder einem nitrirten aromatischen Kohlenwasserstoffe bestehen und mit oder ohne Zuhülfenahme eines Lösungsmittels in eine hornartige Substanz verwandelt werden. Nach und nach sind auch die für die einzelnen Pulvergattungen am besten entsprechenden Geschütz- und Gewehrtypen, sowie die geeignetsten Patronen, Ladungen, Zündmittel u. s. w. gefunden worden, und, während einerseits behauptet werden kann, dass jedes moderne rauchlose Pulver für jede Waffe geeignet gemacht werden kann, lässt sich auch der Grundsatz feststellen, dass, soferne nicht von Hause aus besondere Fehler begangen worden sind — und dies lässt sich bei den modernen Pulvern nicht behaupten — jede Pulvergattung so gut und so schlecht ist wie die andere.

Es wäre widersinnig, ein lebhaft brennendes Pulver in einem grossen Geschütze zu verwenden. Die Ladungen eines Pulvers müssen der Kalibergrösse und dem Geschossgewichte entsprechend bestimmt werden. Andererseits muss das Geschütz den auftretenden Spannungen entsprechend gebaut sein, und, wie dies ja jedem Militär von vornherein klar ist, müssen entweder die begleitenden Umstände dem Pulver entsprechend gewählt werden, oder es muss das Pulver den besonderen Verhältnissen gemäss zusammengestellt werden. Andererseits spielt die Form des Pulvers, wie dies ja auch bei dem Schwarzpulver der Fall war, eine sehr bedeutende Rolle in Bezug auf die Schiessresultate. Es lässt sich beinahe behaupten, dass die Zusammensetzung in letzter Linie zur Geltung kommt. Sie ist insoferne von wichtigstem Einflusse, als die Gasdrücke von ihr wesentlich abhängen und die Abnutzung der Züge im Geschütze und Gewehre von ihr ungünstig beeinflusst werden kann.

In Bezug auf die Abnutzung verhält sich rauchloses Pulver allerdings ungünstiger, als das alte Schwarzpulver — man kann eben so viel höhere Anfangsgeschwindigkeiten nicht ohne entsprechende Opfer erkaufen — andererseits ist die Abnutzung von einer vortheilhafteren Art, weil die Läufe nicht zerfressen werden und stellenweise Gruben

und Hügel erhalten, sondern die Züge gleichmässig gewissermaassen ausgewaschen werden. Dies gestattet ein genaueres Schiessen nach längerer Benutzung, als dies früher beim Schwarzpulver der Fall war. Es bleibt natürlich ein frommer Wunsch, ein solches Pulver zu erhalten, welches die Läufe weniger angreift als Schwarzpulver, aber, wie gesagt, man muss diese vermehrte Abnutzung anderer Vortheile wegen mit in den Kauf nehmen.

Zusammensetzung der rauchlosen Pulver.

I. Nitrocellulose-Pulver.

A. Schultze-Pulver. Dies wird gegenwärtig nur noch in England erzeugt. Ursprünglich wurde Holz in dünne Blättchen und diese mittelst eines Durchschlages in regelmässige Körner zerschnitten, diese dann mit verdünnter Sodalösung gekocht, mit Dampf behandelt, gewaschen, getrocknet und gebleicht, und sodann in einem Nitrirgemische in Nitrocellulose verwandelt. Diese wurde mit einer Lösung von Kalisalpeter imprägnirt und die Körner sodann getrocknet.

Im Laufe der Jahre hat sich das Schultze-Pulver den anderen Pulvern genähert, und gegenwärig besteht es aus Holznitrocellulose der üblichen Art, welche in Aetheralkohol, dem etwas Kampher zugesetzt ist, aufgelöst und mit Salpeter versetzt wird. Ein kleiner Zusatz von Paraffin oder Vaseline scheint auch gemacht zu werden.

B. E. C.-Pulver. Das von Reid und Johnson patentirte Pulver wird noch heute von der E. C.-Powder Company in England und Amerika hergestellt. Es wird aber auch von Fabriken in Holland und Belgien, wohl auch in Frankreich und Italien erzeugt.

Ursprünglich bestand das Pulver bloss aus Nitrocellulose, die nach dem Körnen mit Aether befeuchtet und hierdurch gehärtet wurde. Später hat man dem E. C.-Pulver etwas Kampher beigegeben, um auf diese Weise eine innigere Durchmischung der Schiessbaumwolle herbeizuführen. Das gegenwärtig in den Verkehr kommende E. C.-Pulver Nr. 3 enthält auch noch etwas Kampher, ist aber mit dem Lösungsmittel mehr durchtränkt, um auf diese Weise das Pulver härter und gleichmässiger verbrennen zu machen. E. C.-Pulver ist mit einem organischen Farbstoffe versetzt. In England verwendet man Aurin (Rosolsäure), anderswo auch Chrysanilin.

C. Walsrode-Pulver. Wolff u. Co. in Walsrode waren mit unter den Ersten, welche ein aus Nitrocellulose bestehendes rauchloses Pulver in den Verkehr brachten. Dasselbe war nach Art des E. C.-Pulvers aus Nitrocellulosekörnern hergestellt, jedoch nach einem anderen Verfahren behandelt. Die Nitrocellulose wurde dabei in Essigäther voll-

ständig aufgelöst und sodann gekörnt, was natürlich die Structur der Nitrocellulose vollständig veränderte, während sie bei dem E. C.-Pulver noch zum Theile bestand.

D. Französisches Poudre pyroxylée. Seine Zusammensetzung ist:

Lösliche Schiessbaumwolle	28	Proc.
Unlösliche Schiessbaumwolle	37	„
Barytsalpeter	29	„
Kalisalpeter	6	„

E. Blättchenpulver. Diese bestehen fast ohne Ausnahme aus reiner Nitrocellulose, gewöhnlich löslicher Schiessbaumwolle, und werden in vielen Ländern durch Auflösung in Aetheralkohol, in anderen unter Verwendung von Aceton als Lösungsmittel hergestellt. Nur sehr selten giebt man ihnen einen Zusatz von Salpeter. Das in Deutschland und Frankreich für Gewehre verwendete Pulver ist ein solches Blättchenpulver, und wie der Name schon andeutet, ist es in dünne, viereckige Blättchen zerschnitten.

II. Pulver aus Nitroglycerin und Nitrocellulose.

A. Ballistit. Dasselbe wurde von Alfred Nobel im Jahre 1889 patentirt und bestand ursprünglich aus gleichen Theilen Collodiumwolle und Nitroglycerin mit 1 Proc. Diphenylamin oder Anilin. Gegenwärtig wird es aus 60 Thln. Nitroglycerin und 40 Thln. löslicher Schiessbaumwolle von circa 12,8 Proc. Stickstoffgehalt hergestellt.

B. Cordite. Dasselbe ist eine Erfindung von Sir Frederick Abel und Professor James Dewar. Es wurde auf Grund der Nobel'schen Sprenggelatine- und Ballistitpatente aufgebaut; statt der löslichen Schiessbaumwolle jedoch enthält es unlösliche. Da diese sich im Nitroglycerin nicht löst, so haben Abel und Dewar den Ausweg gefunden, die beiden Bestandtheile, die Schiessbaumwolle und das Nitroglycerin, durch ein gemeinsames Lösungsmittel, nämlich Aceton, zu lösen, welches dieselben selbst nach dem Abtreiben des Lösungsmittels in innigem Gemenge zusammenhält.

Gegenwärtig besteht Cordite aus 58 Thln. Nitoglycerin, 37 Thln. Schiessbaumwolle und 5 Thln. Vaseline, die in 19,2 Thln. Aceton gelöst werden. Die Vaseline hat den Zweck, feste Verbrennungsproducte zu entwickeln und damit den Lauf überzogen zu erhalten, um die Einwirkung der sauren Gase zu verhindern, andererseits aber auch, um die Brisanz etwas herabzubringen.

C. Amberit. Dieses Curtis und André patentirte Pulver besteht aus 44 Thln. Trinitrocellulose, 12 Thln. Dinitrocellulose und

40 Thln. Nitroglycerin. Die Nitrocellulose ist ein absichtliches Gemisch von löslicher und unlöslicher Schiessbaumwolle, und in den vorher gebildeten Körnern wird die lösliche Schiessbaumwolle zuerst mit Aetheralkohol behandelt, um in das Pulver eine Art Kitt zu bringen.

D. Amerikanische Pulver. In den Vereinigten Staaten sind die Versuche zur Herstellung des geeignetsten rauchlosen Pulvers noch nicht abgeschlossen.

M. E. Leonard in Manchester, Vereinigte Staaten, nahm ursprünglich 150 Thle. Nitroglycerin, 50 Thle. Schiessbaumwolle, 10 Thle. Lykopodium und 4 Thle. gepulverte Uratkrystalle, welche Mischung er mit Aceton auflöste und in der üblichen Weise zu Pulvern verarbeitete.

Hudson Maxim machte ein Pulver aus 10 bis 25 Proc. Nitroglycerin, und den Rest aus löslicher Schiessbaumwolle, mit Urat als Neutralisationsmittel. Es ergab geringere Gasdrücke, und in Folge dessen haben die neueren amerikanischen Pulver, wie das von Dupont, Leonard, Peyton u. A., alle geringere Nitroglyceringehalte.

Im Jahre 1899 scheint man, einer Anregung des Pulverinspectors zufolge, ein Pulver angenommen zu haben, das den Namen N. N. 12—25 führt, und aus 25 Proc. Nitroglycerin und 75 Proc. Schiessbaumwolle von 12 Proc. Stickstoff besteht. Es wird in Cylindern mit 7 Durchbohrungen hergestellt.

III. Pulver aus Nitrocellulose und Nitroderivaten aromatischer Kohlenwasserstoffe.

Das Du Pont-Pulver, von F. C. und P. S. Du Pont in Wilmington, Amerika, besteht aus Nitrocellulose und Nitrobenzol, Indurit von C. E. Munroe gleichfalls aus Nitrobenzol und Schiessbaumwolle in ungefähr gleichen Theilen, Plastomenit von Hermann Güttler in Reichenstein aus Holznitrocellulose mit geschmolzenem Dinitrotoluol. Die Zusammensetzung wechselt je nach dem Gewehre. In neuerer Zeit wird es für kleinkalibrige Gewehre in der Zusammensetzung von 68 Proc. Nitrocellulose, 6 Proc. Dinitrotoluol, 13 Proc. Trinitrotoluol und 13 Proc. Baryumnitrat, dem unter Umständen etwas chromsaures Kali zugesetzt wird, hergestellt.

Die Smokeless Powder Co. in Warwick in England erzeugt unter dem Namen Rifleite, S. S., S. R., S. K., S. V. und S. B., verschiedene Pulver, welche hauptsächlich aus einem Gemenge löslicher und unlöslicher Schiessbaumwolle mit Dinitrotoluol hergestellt sind. Die Menge von Dinitrotoluol schwankt. Für Rifleite ist sie etwa 20 Proc.

IV. Andere rauchlose Pulver.

Französisches Poudre J. Dieses vom Ingenieur Bruneau angegebene Pulver für Jagdzwecke besteht aus 83 Thln. Schiessbaumwolle und 17 Thln. Ammoniumbichromat.

Vereinigte Staaten rauchloses Pulver. Dies besteht aus Ammoniumpikrat und Ammoniumbichromat, das einer Gelatine von Nitroglycerin und Schiessbaumwolle beigemengt ist.

Erzeugung rauchloser Pulver.

Nur noch selten, und hauptsächlich für Jagdzwecke oder Pistolenladungen, werden rauchlose Pulver in runder Körnerform hergestellt. Im Allgemeinen ergiebt diese Form ein viel zu lebhaft verbrennendes Pulver. Die gegenwärtig fast allgemein gewählte Form ist die von Blättchen, kleinen Quadraten von $1^1/_2$ mm Seitenlänge und 0,3 mm Dicke. Für Geschützpulver werden entweder dickere Blättchen oder Würfel gewählt. Eine Ausnahme macht das englische Cordit und das ähnliche Filit in Italien, bei welchen das Pulver in Form von Schnüren von wechselnder Dicke hergestellt ist; eine weitere Ausnahme sind die röhrenförmigen Pulver, entweder nach Art der Maccaroni, wie sie in England, Deutschland und Oesterreich, oder mit vielfachen Durchlöcherungen, ähnlich wie das alte prismatische Pulver, wie sie von Maxim und Schüpphaus hergestellt werden.

A. Herstellung von körnigen Pulvern. Die übliche Herstellungsweise ist die, dass man die Schiessbaumwolle mit dem Salpeter unter Zusatz von Wasser entweder auf Kollergängen vermahlt oder ohne Zusatz von Wasser in Mischtrommeln vermischt. Das so zubereitete Gemenge wird entweder durch durchlöcherte Metallsiebe durchgerieben, oder in Trommeln oder auf oscillirenden Rahmen unter Befeuchtung mit Wasser zu Körnern geformt. Die beste Art der Herstellung bleibt die, wo das trockene Gemenge von Schiessbaumwolle und Salpeter bei fortwährender Befeuchtung mit Wasser gerüttelt wird, bis Körner sich formen.

Bei dem E. C.-Pulver werden die Körner getrocknet und sodann mit Aetheralkohol besprengt, wobei die Körner wieder in einer Mischvorrichtung sorgfältigst durch einander gerüttelt werden. Nachdem der Aether auf die Körner von aussen gewirkt hat, werden dieselben durch ein Sieb gehen gelassen, um sie von einander zu trennen, und sodann in einem Trockenhause von dem Lösungsmittel befreit. Die Färbung erfolgt, wie früher erwähnt, durch Rosanilin oder Chrysanilin.

In ähnlicher Weise wird das Poudre pyroxylée hergestellt. Die

Materialien werden in einer Gesammtmenge von 10 kg zuerst mit der Hand gemischt, dann während 45 Minuten in Kollergängen unter Zusatz von 40 Proc. Wasser gemengt, hierauf durch ein Sieb von 2,5 mm Maschenweite gedrückt und im Trockenhause bis unter 1 Proc. Feuchtigkeit getrocknet. Dem Gemenge werden nach dem Trocknen 65 Proc. Aether zugesetzt und der Brei auf einem aus Zinkblech mit 1,8 mm Löchern hergestellten Siebe gekörnt. Die hieraus entstehende Mischung von Körnern und Staub wird 45 Minuten lang in einer hölzernen Trommel von 0,60 m Länge und 0,40 m Durchmesser bei 27 Umdrehungen pro Minute behandelt, sodann mit 50 Proc. Wasser befeuchtet und in das Trockenhaus gebracht. Nach dem Trocknen wird sie auf Sieben in Körnern zwischen 1,6 und 1 mm Grösse sortirt. Die erhaltenen Körner werden unter Zusatz von 15 Proc. Aether in Mengen von 10 kg in einer Kupfertrommel von 0,40 m Länge und 0,60 m Durchmesser bei zehn Umdrehungen pro Minute polirt und der Aether hierbei in Form eines feinen Regens durch einen Zerstäubeapparat eingebracht. Hierauf wird das Pulver nochmals durch ein Sieb von 1,8 mm Lochweite durchgedrückt, getrocknet und zu Körnern zwischen 1,6 und 1 mm Durchmesser sortirt. Man erhält auf diese Weise etwa 33 Proc. brauchbare Körner. Die Abfälle werden 30 Minuten lang in Kollergängen behandelt und auf einem Zinksiebe von 2½ mm Lochweite gesiebt. Das Gemenge von Körnern und Staub wird in das Trockenhaus gebracht und, wie das Pulver, unter Hinzufügung von 50 Proc. Aether behandelt, sortirt, die Körner polirt, wieder getrocknet und sortirt. Der Staubabfall unterliegt immer wieder einer solchen Verarbeitung, bis er vollständig erschöpft ist. Das fertige Pulver, wie es in den Handel kommt, ist eine Mischung von 1 Thle. Körnern aus der ursprünglichen Herstellung und 2 Thln., welche von der Verarbeitung der Abfälle herrühren.

Bei dem von Wolff u. Co. in Walsrode hergestellten Körnerpulver wird die Nitrocellulose in Knetmaschinen mit Essigäther bis zur vollständigen Auflösung behandelt, sodann etwa der vierte Theil Wasser von 60° eingeführt, und, während die Knetmaschine weiter arbeitet, Dampf in das Gemenge gelassen, wodurch die Gelatine in wenigen Minuten in feine Körner verarbeitet wird. Diese werden dann in einem zweiten Gefässe mit kochendem Wasser bis zur vollständigen Vertreibung des Lösungsmittels behandelt, und das Wasser sodann durch Abpressen, Ausschleudern und Trocknen entfernt.

B. Blättchenpulver. Die Nitrocellulose zur Herstellung solcher Pulver muss fein gepülpt und vorher möglichst vollständig getrocknet sein. Man hat wiederholt versucht, durch einen Zusatz von Alkohol zu der Nitrocellulose das Trocknen derselben zu vermeiden oder bei geringerer Temperatur vor sich gehen zu lassen, und dies ist in Oesterreich auch eingeführt worden. Wie dies auch bei der Sprenggelatine er-

wähnt wurde, darf die Nitrocellulose keine groben Körner enthalten, weil diese sich im Lösungsmittel nur langsam vertheilen.

Die Mischung der Nitrocellulose mit dem Lösungsmittel erfolgt

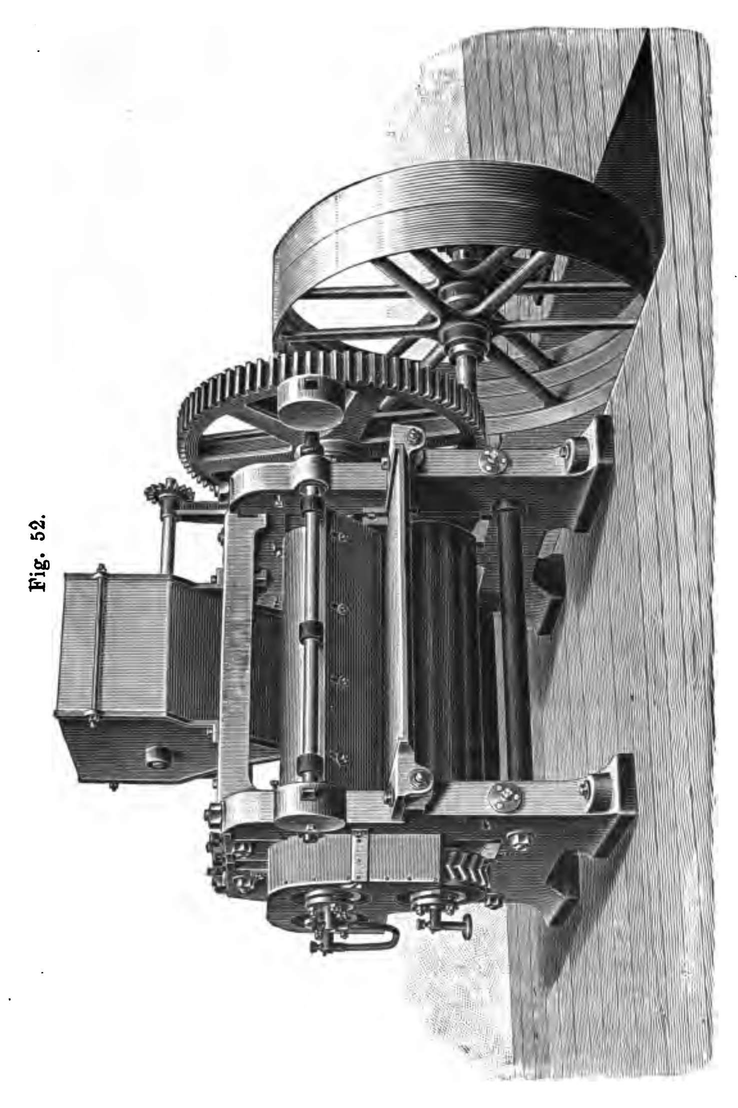


Fig. 52.

gegenwärtig fast ausschliesslich in Werner und Pfleiderer's Knetmaschinen, die aus der Brotbäckerei und anderen Industrien wohlbekannt sind. Die Maschinen sind umkippbar eingerichtet und entweder mit einem dicht schliessenden Deckel und übergestelltem Gefässe für das Lösungsmittel versehen, oder sie haben, wie dies in Waltham-

Abbey geschieht, bloss einen Holzrahmen mit Glasdeckel. In vielen Fällen werden diese Knetmaschinen mit einem Mantel umgeben, in welchem man kaltes Wasser circuliren lassen kann, um auf diese Weise die während des Knetens erzeugte Wärme zu verringern, welche zu viel von dem Lösungsmittel während der Operation verdampfen würde.

Da die Mischung von rauchlosen Pulvern ganz ungefährlich ist, so sind die Knetmaschinen durchaus aus Eisen angefertigt.

Schon nach wenigen Umdrehungen der Maschine hat das Lösungsmittel die Nitrocellulose vollständig durchsetzt, und nach kurzer Zeit nimmt die Masse die Form eines Teiges an, der gegen den Schluss der Operation hin mehr oder weniger brüchig wird. Dies hängt von der angewendeten Menge Lösungsmittel ab. Man trachtet nämlich, so wenig als möglich davon zu nehmen, einerseits um an Kosten zu sparen, andererseits um weniger lange trocknen zu müssen, und man verwendet lieber etwas mehr Zeit auf das Kneten, was in der Regel sechs bis acht Stunden lang dauert.

Das von den Knetmaschinen kommende Gemenge wird durch Walzwerke geführt. In Fig. 52 (a.v.S.) ist ein solches von Friedrich Krupp, Grusonwerk, hergestelltes Walzwerk abgebildet. Der Teig wird durch eine Einfüllgosse auf der Höhe des Apparates eingebracht und ein innerhalb desselben angebrachtes Rührwerk schiebt ihn nach unten. Das Walzwerk besitzt zwei horizontal neben einander liegende Walzen aus Hartguss und eine dritte, welche sich unterhalb derselben und gegenüber der vorderen Walze befindet. Die Walzen werden mit Dampf geheizt und durch eine Stellvorrichtung in entsprechenden Entfernungen eingestellt. Der Teig passirt zuerst die zwei oberen Walzen und geht von diesen durch eine obere und die untere Walze hindurch. Ein durch Gegengewichte gegen die vordere Oberwalze gehaltener Abstreicher verhindert das entstehende Blatt, an der Walze in die Höhe zu steigen und bringt es über einen Tisch nach vorn. Die ausgerollten Platten kommen in ein Trockenhaus, wo der grösste Theil des Lösungsmittels ausgetrieben wird. Da die Dämpfe desselben mit einiger Schwierigkeit aus dem Teige heraustreten, so dehnen sich einzelne Partien der Blätter aus und erhalten hierdurch Blasen. Um nun dieselben zu entfernen und um andererseits die Lösung der Nitrocellulose so vollständig wie möglich zu machen, lässt man die Platten durch ein Feinwalzwerk gehen, welches in Fig. 53 nach einer Ausführung von Friedrich Krupp, Grusonwerk, dargestellt ist.

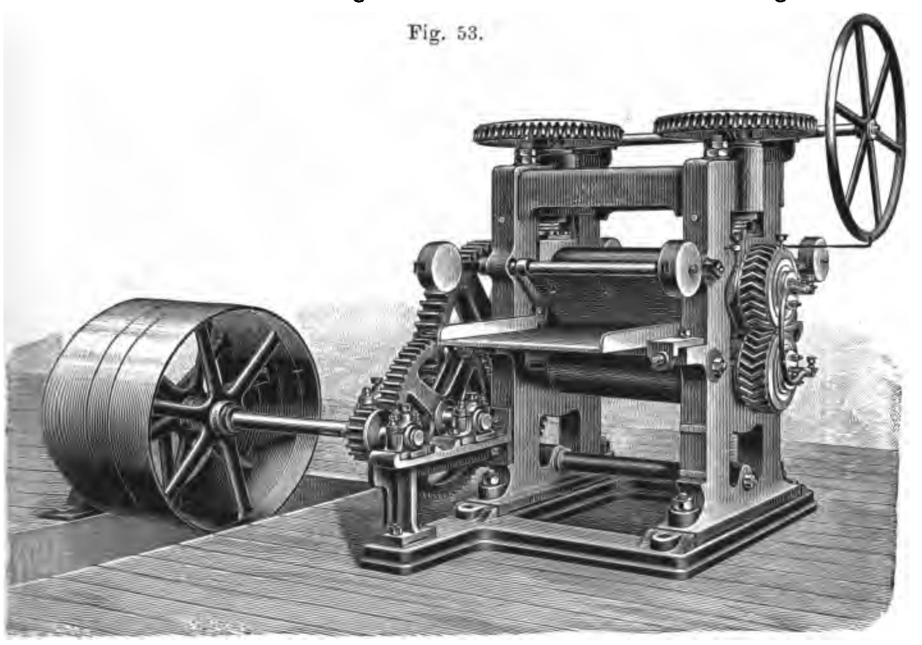
Es hat ein Paar mit Dampf geheizter und durch Zahnräder bewegter Walzen, sowie durch Gegengewicht gegen die Walzen angedrückte Abstreichmesser. Die Verstellung der Walzen gegen einander wird in der Weise bewirkt, dass das obere Lager durch zwei Schraubenspindeln nach oben gezogen oder nach unten herabgelassen werden kann. Zu diesem Zwecke trägt die Schraubenspindel Schneckenräder, welche durch an einer gemeinsamen Welle befestigte zwei Schnecken mit Hülfe eines

Handrades in Drehung versetzt werden. Ein an dem Walzwerke angebrachter fixer Zeiger und eine Eintheilung an dem Handrade gestatten, den Grad der Einstellung der Walze genau zu bestimmen.

Durch das Walzen entstehen transparente und homogene dünne Blätter. Um das Lösungsmittel und auch die eingeschlossene Luft so viel als möglich zu entfernen, lässt man die Blätter mehr als einmal durch die Walzen gehen, indem man sie über einander geschlagen wieder in die Gosse bringt.

Eine Wiedergewinnung des Lösungsmittels wurde oft versucht, scheint aber nur in wenigen Fabriken in rentabler Weise eingeführt

Fig. 53.

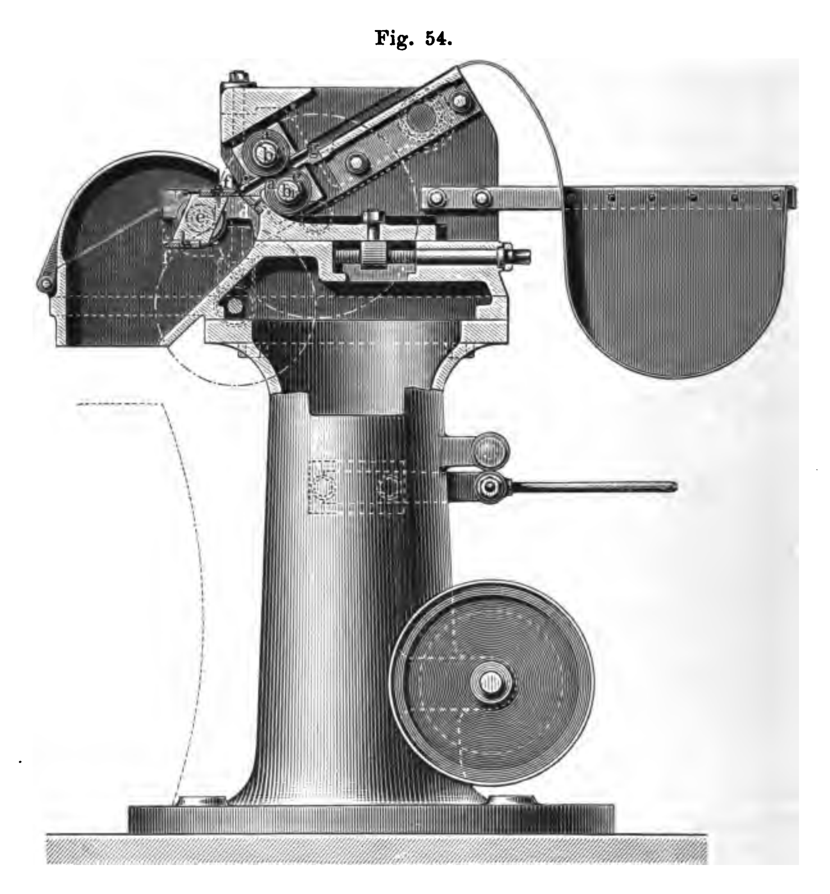


zu sein. Die Blätter verlassen das Walzwerk in lederartiger Beschaffenheit und werden dann durch die Schneidemaschine in Streifen und Blättchen zerschnitten.

Die heute fast allgemein übliche Art von Schneidemaschinen ist in der in Fig. 54 und 55 (a. f. S.) dargestellten Schneidemaschine von Ernst Schiess, in Düsseldorf-Oberbilk, gut ersichtlich. Dieselbe trägt kreisförmige Messer *a* durch Stellringe *c* von einander gehalten auf Wellen *b* und b_1 befestigt. Ein Kamm *g* legt sich vor die Messer und verhindert, dass das Pulverblatt an denselben in die Höhe steige. Das eingeführte Blatt wird von den Messern in Streifen zerschnitten, kommt dann auf eine Anschlagschneide *d*, wo es einem horizontal rotirenden Schneidemesser *e* begegnet. Dies besteht aus einem Gussstück *f* mit aufgeschraubten Stahlmessern von besonderer Form. Durch Anziehen einer Gleitschraube

kann die Anschlagleiste *d* vor- oder rückwärts geschoben werden; ebenso können die Messer *f* nachgeschoben werden, im Falle sie sich abgenutzt haben. Die obere Kreismesserwelle dreht sich in einem Lager, welches an einem gusseisernen Obertheile befestigt ist. Dieses Obertheil kann in einem Charniere sich drehen, wird jedoch durch eine verticale Zugstange mit Schraubenmutter festgehalten. Dort, wo die Schraubenmutter durch das Obertheil hindurchgeht, ist letzteres conisch

Fig. 54.



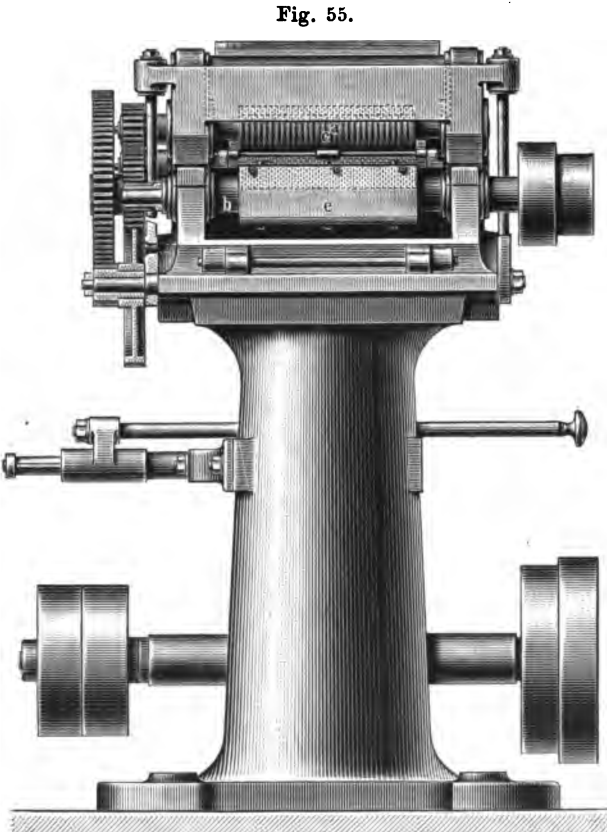
ausgearbeitet, während die Zugstange einen kugelförmigen Ansatz besitzt. Wenn man nun die Mutter anzieht oder lockert, so wird das Obertheil zur Seite weichen und um sein Charnier sich heben oder senken. Damit kann also die Entfernung zwischen den beiden Kreismesserwellen der Dicke des Pulverblattes entsprechend geregelt werden. Der Trog zur Aufnahme des Pulverblattes hat die Form wie bei der vorhin besprochenen Maschine; das horizontale Messer befindet sich in einem am Gestelle angegossenen Kasten mit Deckel, welcher um ein

Charnier herumgedreht werden kann, um die Maschine zu besichtigen. Das Pulver fällt in ein unter die Auslaufgosse gestelltes Fass.

Die Form der Messer hat sich allmälig wie in Fig. 56 (a. f. S.) herausgebildet. Sie verhindert, dass der Pulverstreifen sich an die Messer anlege oder seitlich einklemme, während die Höhlung einen Angriffspunkt für den Abstreichkamm giebt.

In Oesterreich-Ungarn hat man runde Blättchen. Das Pulver wird

Fig. 55.



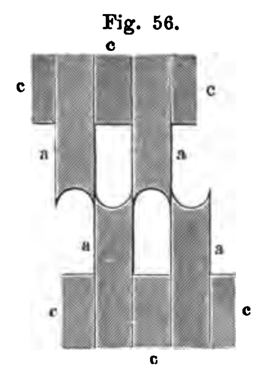
in einer Art Teigpresse in Form einer Schnur herausgepresst. Dieses begegnet jedoch einem rasch rotirenden Messer, welches die Schnur wieder zu Blättchen zerschneidet.

Die Blättchen werden in Trockenhäuser, wie sie für die Pulverfabrikation üblich sind, gebracht, um das Lösungsmittel zu entfernen. Nur ausnahmsweise findet man Trocknen im Vacuum oder Vorrichtungen zur Wiedergewinnung des Lösungsmittels. Gewöhnlich wünscht man, dass das Pulver das Lösungsmittel so gut wie vollständig verloren habe,

jedoch in manchen lässt man noch einen Theil Lösungsmittel darin, und bestimmt durch Erfahrung, wie lange man zu trocknen hat, um stets eine gleiche Menge Lösungsmitel zu behalten.

Die fertigen Pulver werden häufig graphitirt, was in der üblichen Weise in Polirtrommeln geschieht. Der Zweck der Graphitirung ist, die Oberfläche des Pulvers, welche durch das Trocknen etwas rauh wird, zu glätten und zugleich die Brisanz herabzusetzen.

Fig. 56.



Die Färbung mit Anilin oder Anilinfarben erfolgt nur sehr selten.

Die Blättchenpulver, welche Nitroglycerin enthalten, werden in einigermaassen anderer Weise hergestellt, da bei denselben die Anwendung eines Lösungsmittels nicht immer nothwendig ist.

Bei Ballistit, welches mit löslicher Nitrocellulose erzeugt wird, wird nach einem Patente von Lundholm und Sayers das Nitroglycerin und die Collodiumwolle in heisses Wasser gegeben und daselbst entweder mit Luft gerührt oder bei einer Temperatur von 60° einige Tage unter häufigem Umrühren stehen gelassen. Es ergiebt sich hier die auffallende Erscheinung, dass, während feuchte Collodiumwolle, in Nitroglycerin gebracht, eine schlechte Gelatine ergiebt, weil die feuchten Theilchen von aussen mit einer Lösung überzogen werden und in die so gebildeten Klumpen das Nitroglycerin schlecht eintritt, dagegen bei Anwendung von sehr viel Wasser die Theilchen verhältnissmässig leichter auf einander treffen und eine vollständige Gelatinirung vor sich geht. Sobald dieselbe beendigt ist, wird der grössere Theil des Wassers durch Auspressen entfernt, und die Masse kommt in ein mit Dampf geheiztes Walzwerk, dessen Temperatur zwischen 50 und 60° gehalten wird. Indem der Teig wiederholt durch das Walzwerk geführt wird, erfolgt durch gleichzeitige Pressung und Erwärmung eine weitere Beförderung der Auflösung, und gleichzeitig eine blasenfreie, homogene Platte, während das Wasser theils mechanisch, theils durch Verdunstung entfernt wird. Die fertige Platte wird in der vorhin beschriebenen Schneidemaschine oder in einer solchen nach Art der Tabakschneidemaschine, in welcher ein guillotineartiges Messer rasch auf und nieder geht, zerkleinert.

Bei dem Walzen von rauchlosen Pulvern kommen manchmal kleine locale Explosionen vor. Ursprünglich nahm man an, dass dieselben dem Platzen von Luftbläschen zuzuschreiben seien; der Verfasser ist jedoch der Ansicht, dass einzelne, nicht aufgelöste Theilchen von Nitrocellulose, welche bei einer Temperatur von 60° gegen Reibung und Schlag sehr empfindlich sind, unter dem Drucke der Walzen explodiren. Es findet diese Ansicht darin ihre Bestätigung, dass an

solchen Stellen Brandspuren sichtbar sind, jedoch verlaufen solche Explosionen in der Regel harmlos.

C. Schnurpulver. Bisher wurden hauptsächlich Nitroglycerin enthaltende Pulver zu Schnüren oder Cylindern verarbeitet. Den Anfang machte Cordite, welches heute in allen Dicken von 1 mm bis zu 13 mm in den Dienst eingeführt ist.

Cordite wird, wie früher erwähnt, aus Nitroglycerin und unlöslicher Schiessbaumwolle mit einem kleinen Zusatze von Vaseline hergestellt. Die Schiessbaumwolle enthält von 10 bis 12 Proc. lösliche Schiessbaumwolle, nicht mehr als 0,6 Proc. Mineralbestandtheile und mindestens 12,6 Proc. Stickstoff.

Die vorher getrocknete Schiessbaumwolle wird mit der abgewogenen Menge Nitroglycerin übergossen und von Hand sorgfältig durchgemischt. Hierauf gelangt sie in eine Knetmaschine, welche mit einem Wassermantel umgeben ist, wird darin mit Aceton übergossen und $3^1/_2$ Stunden lang behandelt. Als Deckel zur Verhinderung der Verdunstung des Acetons ist ein Holzrahmen mit Glasscheibe aufgesetzt, und diese gestattet zugleich die Beobachtung des Vorganges in der Maschine. Nach $3^1/_2$ stündiger Arbeit der Knetmaschine wird Vaseline hinzugesetzt und das Kneten weitere $3^1/_2$ Stunden lang fortgesetzt. Während der Knetarbeit durchdringt das Aceton allmälig die Nitroglycerin-Schiessbaumwoll-Mischung und löst sie auf.

Das fortgesetzte Kneten macht aus diesen drei Bestandtheilen sodann einen gleichmässigen, dichten Teig, welcher allmälig eine rehbraune Farbe annimmt. Während der Knetarbeit erwärmt sich die Masse, und es wird deshalb in den Mantel der Knetmaschine kaltes Wasser laufen gelassen, um Erwärmung über die normale Temperatur und dadurch Verdunstung des Acetons zu verhindern. Hierauf wird die Corditemasse in die Form von mehr oder weniger dünnen Schnüren, ähnlich wie die von der Mehlspeisefabrikation bekannten Spaghetti, gebracht und die hierzu dienende Maschine beruht auf dem Principe dieser Fabrikation, wonach der Teig durch mechanischen oder hydraulischen Druck durch eine feine Düse in einem continuirlichen Faden herausgedrückt wird.

Der Corditeteig kommt zu diesem Zwecke zuerst in eine Vorpresse, um ihn möglichst dicht und frei von Luftblasen zu machen. Die Vorpressen sind entweder Hand- oder hydraulische Pressen.

Bei kleineren Mengen genügen Handpressen. Das Cordite wird partienweise mit einem hölzernen Werkzeuge in die Pressform eingedrückt und sodann unter einen Stempel gebracht, welcher durch einen langen Hebel niedergezogen wird. In ganz ähnlicher Weise werden grössere Quantitäten durch einen hydraulischen Stempel behandelt. Der vorgepresste Block wird, ohne aus der Form genommen zu werden, sofort unter die Schnurpresse gebracht.

Die Schnurpresse ist in Fig. 57 im Längsschnitte und in Fig. 58 im Querschnitte nach dem englischen Patente Nr. 11667 vom 14. Juni

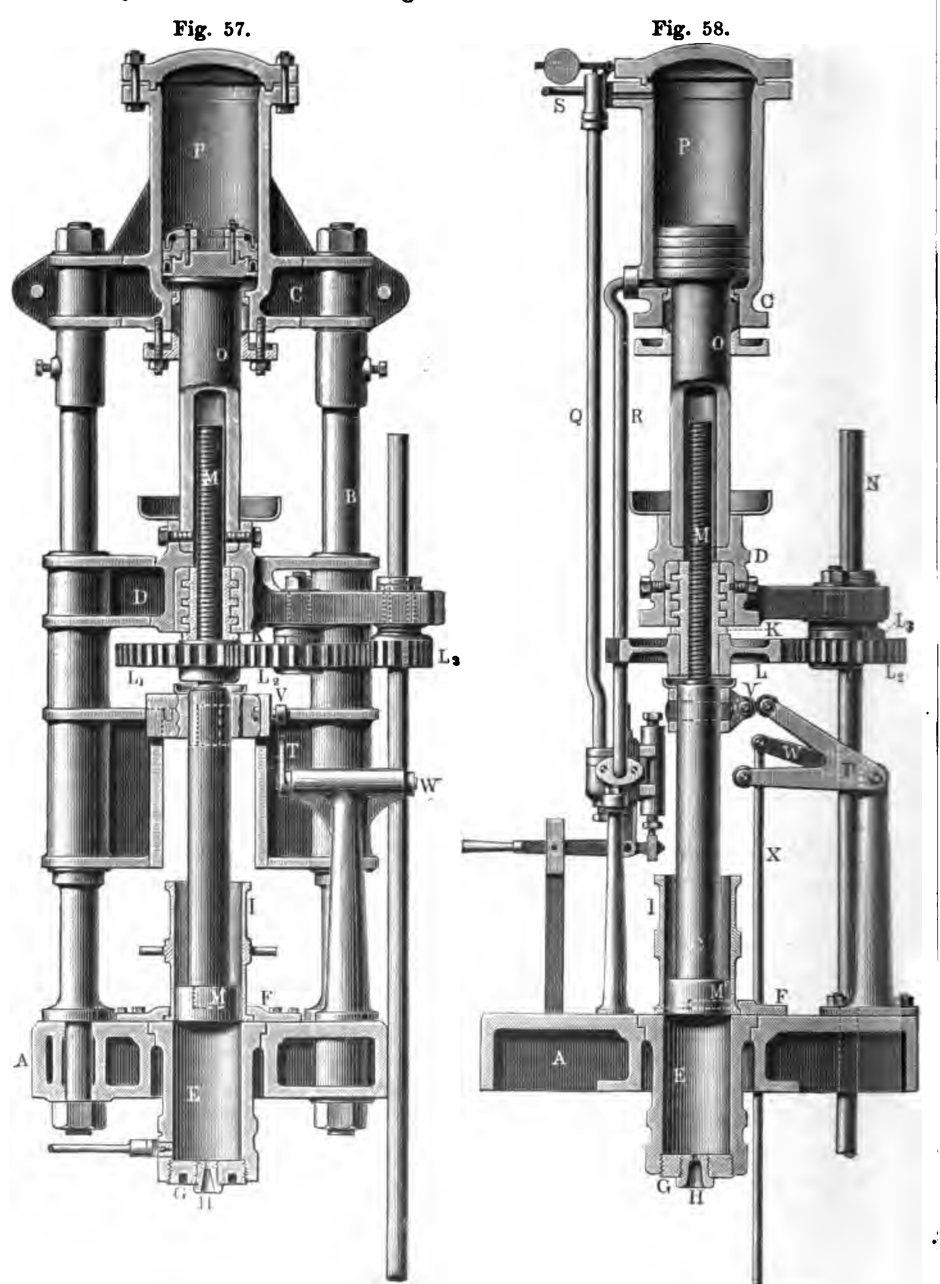


Fig. 57. Fig. 58.

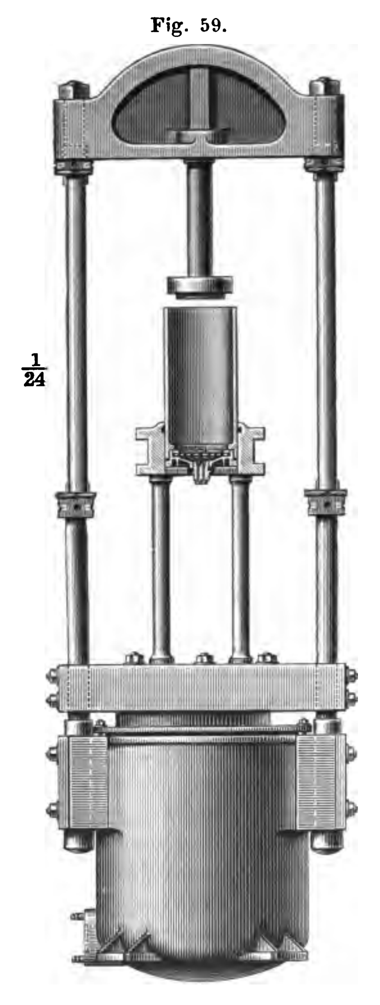
1890 dargestellt. Auf einem starken Untersatze *A* sind zwei Säulen *BB*, mit einem Holme *C* verbunden, befestigt. In diesen zwei Säulen gleitet ein Tisch *D*. Das Untertheil *A* enthält die Pressform *E*, welche durch Klammern *F* festgehalten wird. An die Pressform ist an ihrem unteren Ende ein Deckel *G* mit einem der Schnurdicke entsprechenden Mundstücke *H* angeschraubt. Auf die Pressform wird ein Aufsatz *I*, welcher die vorgepresste Masse enthält, aufgeschoben. In dem Tische ist eine Mutter *K* drehbar angebracht und in ihrer Fortsetzung in der Nabe eines Zahnrades *L* befestigt. Durch diese Nabe geht eine Schraubenspindel *M* hindurch, an deren Fortsetzung der Pressstempel *M'* angekeilt ist. Das Zahnrad *L* wird durch ein Zwischenrad L_2 von einem Triebrade L_3 in Drehung gesetzt. Die Welle des Zahnrades L_2 trägt einen langen Laufkeil *N* und es kann sonach, wenn der Presstisch aus irgend einem Grunde in die Höhe steigt, der gesammte Mechanismus an dem Laufkeile mit in die Höhe gehen, ohne dass dadurch die Drehung aufhören würde. Man sieht daher, dass bei fortgesetzter Drehung der Zahnräder und der Mutter die Schraube und mit ihr der Stempel allmälig in die Form herabgehen und die Masse aus dem Mundstücke in Form einer feinen Schnur herausdrücken.

Um zu verhindern, dass der Druck in der Pressform eine zu grosse Höhe erreiche, bezw. um, im Falle sich irgend ein Hinderniss darbietet, den Druck nicht übermässig anwachsen zu lassen, ist ein hydraulisches Widerlager vorgesehen. Der Presstisch ist nämlich mit einem hydraulischen Kolben *O* fest verschraubt und in seiner Bohrung kann die Schraube frei auf- und ablaufen. Dieser Kolben ist in einem mit dem Holme zusammengegossenen Cylinder *P* beweglich, und in diesen Cylinder wird gleichzeitig sowohl von oben durch das Rohr *Q*, wie von unten durch das Rohr *R* Presswasser eingelassen. Da die freie Oberfläche des Kolbens an der unteren Fläche geringer ist, als an der oberen, so wirkt auf den Kolben ein dem Unterschiede der beiden Flächen entsprechender Druck. Uebersteigt nun der Druck in der Form den zulässigen, was durch ein Sicherheitsventil *S* am Kopfe des Presscylinders geregelt wird, so hebt sich der Tisch und mit ihm der Kolben. An der Presse sind ferner Vorrichtungen angebracht, um dieselbe bei Erreichung eines gewissen Punktes, wenn nämlich das gesammte in der Form enthaltene Material ausgepresst ist, selbstthätig nach rückwärts gehen zu lassen. Dies bewirkt der Anschlaghebel *T*. Es ist nämlich mit dem Gleitbacken *U* des Stempels ein Anschlag *V* verbunden, welcher bei Erreichung des tiefsten Standes an den unteren Theil des Anschlaghebels anschlägt und den mit diesem verbundenen Hebel *W* nach abwärts drückt. Hierdurch wird auch die Zugstange *X* und mit ihr ein Gegengewicht herumgeworfen und dies hat zur Folge, dass eine Schubstange den einen Riemen auf die Leerscheibe, den anderen Riemen aber auf die Vollscheibe bringt. Hierdurch wird die Bewegung des Stempels umgekehrt und es ist aus

der Zeichnung leicht ersichtlich, dass ebenso die Maschine zum Stillstehen gebracht werden kann.

In neuerer Zeit hat man statt der mechanischen Schnurpressen hydraulische construirt, und eine solche ist in Fig. 59 abgebildet. Wie ersichtlich, ist sie eine gewöhnliche hydraulische Presse, welche auf dem Presstische vier schmiedeeiserne Säulen mit einem Kopfstücke trägt, in welches die Pressform geschoben wird. Dieselbe wird nach erfolgter Füllung gegen einen am Holme befestigten Oberstempel gepresst, und die Schnüre unter den Säulen hindurch hinausgezogen und aufgewickelt.

Fig. 59.



Für Gewehrcordite, welches einen sehr geringen Durchmesser hat, ist eine mechanische Presse ähnlich den früheren Schnurpressen vorgesehen, bei welcher die Schnur in ziemlich raschem Laufe austritt und auf eine aus Stahlblech gestanzte Trommel aufgewickelt wird. Diese Trommel wird durch Riemen angetrieben, und eine Führungsvorrichtung, wie sie bei den Wickelmaschinen für Garne gebräuchlich ist, zwingt die Schnur, sich auf der Trommel parallel aufzureihen.

Bei dickeren Schnüren erfolgt das Zerschneiden in die gewünschte Länge, sobald die Schnur die Presse verlässt. Dies geschieht auf einem Schneidetische, der ein endloses Stahlband über zwei Riemenscheiben laufend hat. Auf dem Stahlbande sind in entsprechenden Entfernungen Messer quer zu der Längsachse befestigt. In der Mitte zwischen den beiden Riemenscheiben befindet sich ein kleines federndes Rollenpaar, zwischen welchen das Stahlband hindurchlaufen muss. Indem nun die Schnur auf das Stahlband zu liegen kommt und durch die Röllchen hindurchgeführt wird, drückt die Rolle auf das Messer und zwickt das Cordite in der gewünschten Länge ab. Ein Junge nimmt sodann beim Austritte aus dem Röllchen die abgeschnittenen Schnüre und legt sie auf den Trockenrahmen. Bei mittleren Dicken

wo gewöhnlich vier Schnüre auf einmal aus der Pressform austreten, werden dieselben von Hand auf eine Trommel gewickelt, deren Durchmesser so gewählt ist, dass er das Doppelte der gewünschten Pulverlänge beträgt. Sobald dann die Trommel genügend bewickelt ist, kommt sie in eine Schneidevorrichtung, bestehend aus zwei Messern mit Parallelführung, welche durch einen Hebelzug gegen die Trommel angedrückt werden und dadurch die ganze Bewickelung in zwei Hälften schneiden, die danach auf Trockenrahmen gelegt werden. Gewehrcordite bleibt auf den Trommeln.

Das fertige Pulver kommt auf den Lattenrahmen oder auf den Trommeln in ein Trockenhaus zur vollständigen Entfernung des Acetons. Die Temperatur des Trockenraumes beträgt 100° F. und die Dauer der Trocknung beträgt drei bis acht Tage. Die dicken Gattungen werden sodann gemischt, gewöhnlich die Arbeit eines Tages zusammen, was mit der Hand geschieht. Das Gewehrcordite kommt in die Munitionsfabrik, wo durch Wickelmaschinen je zehn Rollen auf eine grössere Rolle gleichzeitig aufgewickelt werden, sodann wieder je sechs solcher zehnfach gewickelter Trommeln auf eine andere, so dass man gewissermaassen ein Seil von 60 Schnüren in sorgfältigster Mischung auf einer Trommel hat. Diese Seile werden durch besondere Maschinen in die Patronenhülsen eingeschoben und bei der gewünschten Länge abgeschnitten [1]).

D. Röhrenpulver. Die Erzeugung dieser Pulver ist dieselbe, wie die der Schnurpulver, nur mit dem Unterschiede, dass beim Pressen das Mundstück der Pressform entweder einen vollen Kegel vorgeschoben hat oder eine Anzahl von Stahlnadeln auf einem ringförmigen Kegel hat, je nachdem man Röhren oder durchlöcherte Cylinder erzeugen will. Diese Art Presse ist von der Erzeugung von Maccaroni her wohl bekannt.

E. Verschiedene Pulver. 1. Plastomenit von Güttler. Die Nitrocellulose im Plastomenit ist Holznitrocellulose, wozu Sodacellulose genommen wird. Diese kommt in Gestalt von dicken Papptafeln in den Handel und wird in Streifen von 500 mm Länge und 20 mm Breite geschnitten. Diese werden im Güttler'schen Verkohlungsofen durch heisse Verbrennungsgase bei einer Temperatur von 350° geröstet, sodann auf Excelsiormühlen vorgemahlen und in Kugelmühlen zu kleinen Flocken von 0,3 bis 0,8 mm Grösse zermahlen. Diese Rohcellulose wird in der üblichen Weise nitrirt. Der Nitrirapparat ist aus Aluminium hergestellt und hat ein Rührwerk, welches die Nitrocellulose in fortwährender Be-

[1]) Das italienische Filit besteht aus Schnüren von rechteckigem Querschnitte, welche aus Blättern geschnitten werden. Deutschland verwendet jetzt Gewehrpulver in Form kleiner Cylinder, die aus runden Schnüren geschnitten sind.

wegung erhält. Das Waschen und Stabilisiren geschieht in der üblichen Weise.

Nitrotoluol und Baryumnitrat werden als binäre Mischungen in Alsingmühlen, welche mit Feuersteinen beschickt sind, zu feinem Mehle vermahlen. Nach dieser Vorbereitung der Rohmaterialien wird die nasse Nitrocellulose mit etwa 60 Proc. Wassergehalt mit dem binären Gemenge in Werner und Pfleiderer-Knetmaschinen gemischt, der erzielte feuchte Satz bei 30° in einem eisernen Schranke getrocknet und dann in einer hydraulischen Presse in einer mit Dampf erwärmten Form gepresst. Falls der Pulversatz Dinitrotoluol enthält, wird die Temperatur auf 72° erhalten, bei Trinitrotoluol auf 82°. Das bei dieser Temperatur schmelzende Nitrotoluol löst die Nitrocellulose vollständig auf, und zugleich wird der entstandene Teig zu kreisrunden, dünnen Scheiben gepresst. Manchmal lässt man die Schmelzung nur zum Theile erfolgen. Der erkaltete Kuchen wird auf Körnmaschinen mit zwei Walzenpaaren gebrochen, sodann auf Messingsieben sortirt, in der üblichen Weise polirt, graphitirt, ausgestäubt und vermengt.

2. Indurit. C. E. Munroe macht seine Nitrocellulose frei von löslicher Cellulose, indem er sie mit Methylalkohol behandelt. Sodann löst er sie in Nitrobenzol auf, richtet sie zu Blättern und schneidet sie zu Körnern. Das fertige Pulver wird mit heissem Wasser und Dampf behandelt und die dadurch wahrscheinlich erfolgende oberflächliche Verdampfung von Nitrobenzol erhärtet das Pulver.

3. Du Pont-Pulver. Dieselben lösen die Nitrocellulose und das Nitrobenzol in ähnlicher Weise wie Lundholm und Sayers das Ballistit in einer grösseren Flüssigkeitsmenge auf, um die grössere Affinität des Lösungsmittels zu der Schiessbaumwolle auszunutzen. Der dabei verwendete Apparat besitzt kein besonderes Interesse, scheint auch in der ursprünglich patentirten Form nicht mehr verwendet zu werden.

Eigenschaften der rauchlosen Pulver.

Die rauchlosen Pulver werden je nach dem Zwecke, welchem sie zu dienen haben, einigermaassen verschiedene Eigenschaften besitzen. Da sie zumeist aus hochexplosiven Stoffen hergestellt sind, so müssen solche Mittel angewendet werden, welche die Brisanz herabsetzen. Während jedoch für Geschützzwecke ein besonders langsam verbrennendes Pulver nothwendig ist, um die Kraft nur allmälig zu entwickeln und ihr höchstes Maass erreichen zu lassen, wenn das Geschoss eben das Geschütz verlässt, so ist andererseits beim Jagdgewehre eine lebhafte Verbrennung wünschenswerth, um den Schrotkörnern genügende Durchschlagsfähigkeit und geringe Streuung zu geben. Damit soll Hand in Hand Entwickelung geringen Gasdruckes mit möglichst hoher Anfangsgeschwindigkeit gehen. Die Pulver sollen ferner für militä-

rische Zwecke eine bedeutende Kraft pro Gewichtseinheit entfalten, denn damit ist ein geringes Gewicht der Patronen und die Möglichkeit gegeben, dass der Soldat eine recht grosse Anzahl der letzteren mit sich tragen könne. Beim Jagdpulver dagegen ist es wünschenswerth, dass das Pulver ein dem Schwarzpulver nahe kommendes Volumen besitze, weil beim grossen Kaliber der Jagdgewehre die Patronenhülse möglichst zur selben Höhe ausgefüllt werden soll, wie dies beim Schwarzpulver der Fall war, und weil dadurch ein Ueberladen der Patrone nicht einen solchen Grad von Gefahr für die Haltbarkeit des Laufes mit sich bringt, als dies bei Pulvern von hohem Volumgewichte der Fall wäre. Für Militärgewehre und Geschütze ist ferner eine grosse Rasanz der Flugbahn, d. i. ein möglichst geradliniger Schuss, von hoher Wichtigkeit, denn hierdurch wird es dem Soldaten ermöglicht, ohne seine Zielvorrichtungen von Neuem richten zu müssen, auf wechselnde Entfernungen sicher zu schiessen.

Da eine vollkommene Abwesenheit von Rauch bei der Verbrennung des Pulvers nicht herbeizuführen ist, so muss auf eine möglichst geringe Rauchentwickelung hingezielt werden. Es ist jedoch von höchster Wichtigkeit, dass dessen Verbrennungsproducte athembare Gase seien.

Auch der Rückstand des Pulvers erfordert besondere Aufmerksamkeit bei der Zusammensetzung. Die Beständigkeit des Pulvers bei verschiedenen Temperaturen und bei längerem Lagern unter wechselnden Feuchtigkeitsverhältnissen und damit Hand in Hand geringe Veränderung der Schiessresultate und schliesslich ein gewisses Maass der Ungefährlichkeit bei der Handhabung und bei den wechselnden Zufällen des Krieges sind gleichfalls von grosser Wichtigkeit. Man sieht demnach, dass die Herstellung eines den hochgestellten Ansprüchen der Neuzeit entsprechenden rauchlosen Pulvers durchaus nicht einfach oder leicht, wenngleich die Zusammensetzung der Pulver an sich nicht complicirt ist.

Die Körner der kornförmigen Pulver haben meist zwischen 1 und 0,5 mm Durchmesser, nur selten, z. B. für Revolverpatronen, noch kleineren. Unter der Lupe gesehen, zeigen sie die Structur der Schiessbaumwolle ganz deutlich, je nach der Erzeugungsweise mehr oder weniger verhärtet oder gelatinirt.

Die Blättchenpulver bestehen aus kleinen Quadraten von $1^1/_2$ mm Seitenlänge und 0,3 mm Dicke, jedoch geht man für Jagdpulver bis auf 0,1 mm Dicke herab, und für besondere Zwecke werden auch Blättchen von 0,5 mm Seitenlänge hergestellt. Die Blättchen von Geschützpulver haben 3 mm Seitenlänge und 0,7 mm Dicke, oder sie werden in Würfeln von 2,5, 10, 15 und mehr Millimeter Seitenlänge erzeugt.

Die meisten kornförmigen Pulver lassen sich zwischen den Fingern zerdrücken. Die Blättchenpulver haben lederartige Beschaffenheit und lassen sich mit dem Fingernagel eindrücken; wenn sie jedoch bloss

aus Nitrocellulose hergestellt sind, so können sie auch gebrochen werden. Schnurpulver, aus Schiessbaumwolle oder mit 25 Proc. Nitroglycerin hergestellt, ist so brüchig, dass Gewehrschnüre zu 20 und mehr auf einmal leicht abgebrochen werden können. Werden die Schnüre dicker, so sind sie so hart, dass sie selbst mit einem Meissel nicht mehr leicht getheilt werden können. Andererseits sind sie aber so spröde, dass sie in einer Mühle sofort zu Staub vermahlen werden. Schnurpulver mit höherem Nitroglyceringehalte, wie z. B. Cordite, ist sehr biegsam und bricht nur ab, wenn es um seinen eigenen Durchmesser herumgewickelt wird.

Die Farbe des Kornpulvers hängt von dem zugesetzten Färbemittel ab. Bei reinem Schiessbaumwollpulver ist sie ein schmutziges Grau. E. C.-Pulver ist orangefarben, andere sind mehr oder weniger hell gefärbt. Nitroglycerinpulver sind hell oder dunkelbraun gefärbt, ebenso Blättchenpulver, denen jedoch meistens durch die Graphitirung ein silbergraues oder schwarzes Aussehen gegeben wird.

Falls die rauchlosen Pulver keinen Salpeterzusatz haben, so sind sie in Wasser vollständig unlöslich und werden durch dasselbe auch nicht angegriffen. Ihre Fähigkeit, Wasser aufzunehmen, hängt nur von ihrer Oberfläche ab und ist so gering, dass z. B. bei Versuchen in der Krupp'schen Fabrik mit Ballistit von 1 bis 15 mm Würfelgrösse, welches in einem Zimmer offen aufgestellt war, der grösste Feuchtigkeitsgehalt zwischen 0,07 und 0,23 Proc. schwankte.

Die Dichte der rauchlosen Pulver wechselt mit ihrer Herstellungsweise. Schiessbaumwoll-Blättchenpulver hat ein specifisches Gewicht von circa 1,6 und ein Volumgewicht von 0,8.

Die Ansprüche an die chemische Stabilität der rauchlosen Pulver sind heutzutage sehr bedeutend. In England verlangt man, dass sie bei 180° F. ($82^2/_9$° C.) mindestens 30 Minuten lang die Wärmeprobe bestehen. Bisher war man der Meinung, dass einzelne rauchlose Pulver diese Stabilitätsprobe viel länger bestehen, und in der That findet man sowohl in Europa, wie in Amerika die Angabe, dass manche Pulver, z. B. Walsrode-Pulver, Cordite, Blättchenpulver und dergleichen, selbst nach zwei Stunden noch keine Reaction auf dem Jodstärkepapiere ergaben.

Der Verfasser hat diese Stabilitätsprobe in Folge einer Anregung von Commerzienrath Hermann Güttler in Reichenstein eingehend untersucht und in einem Vortrage vor der Society of Chemical Industry vom 30. April 1897 nachgewiesen, dass die Jodstärkeprobe für die meisten rauchlosen Pulver absolut falsche Resultate ergebe. Es enthalten nämlich fast alle rauchlosen Pulver solche Bestandtheile, welche die Wärmeprobe maskiren. So sind z. B. die meisten Lösungsmittel, wie Essigäther, Aceton, Amylacetat u. s. w. geeignet, das während der Jodreaction frei werdende Jod sofort zu absorbiren, so dass die bekannte braune Linie auf dem Probepapiere nicht sichtbar wird. Den gleichen

Einfluss haben auch andere Stoffe, wie z. B. Vaseline, Ricinusöl, Kampher, Anilin, Sublimat u. a. Wenn die rauchlosen Pulver auch noch so lange getrocknet werden, so bleiben in den Körnern oder Blättchen noch immer Spuren des Lösungsmittels eingeschlossen, und falls dieselben Vaseline oder Oele enthalten, so werden dieselben natürlich nicht ausgetrieben. Indem nun die Proben einer Temperatur von etwa 80° ausgesetzt werden, verdunsten minimale Spuren des Lösungsmittels oder Oeles und diese wirken auf das frei werdende Jod ein. Dass selbst Oele von hohem Siedepunkte, wie Vaseline und Ricinusöl, bei der Temperatur von 80° ziemlich bedeutende Mengen verlieren, hat der Verfasser durch directe Versuche nachgewiesen. Selbst bei 38° C. hat Ricinusöl in 72 Stunden einen Gewichtsverlust von 0,656 Proc. und Vaseline einen solchen von 0,061 Proc. erfahren. Der geringste Zusatz von Ricinusöl zur Schiessbaumwolle hat z. B. die Wärmeprobe sofort auf das Doppelte hinaufgesetzt. Es macht einen Unterschied, ob das Pulver frisch der Wärmeprobe ausgesetzt wird, oder ob es nach dem Vermahlen einige Zeit der Luft ausgesetzt wird, was klar ist, da in diesem Falle ein grosser Theil des Acetons verdampft.

Der Verfasser war sodann auch bemüht, ein Reagens zu finden, welches möglichst unter Beibehaltung des gleichen Verfahrens richtige Resultate ergeben würde, und er fand, dass Diphenylamin in einer Lösung von Schwefelsäure ausgezeichnete Resultate ergab. Die Lösung von Diphenylamin wird wie folgt hergestellt. 0,100 g krystallisirtes Diphenylamin werden in 50 ccm verdünnte Schwefelsäure (10 ccm concentrirte Schwefelsäure und 40 ccm destillirtes Wasser) gegeben und in einem Wasserbade auf 50 bis 55° erwärmt. Bei dieser Temperatur schmilzt das Diphenylamin und löst sich sofort in der verdünnten Schwefelsäure. Nach mehrmaligem Schütteln wird der Kolben herausgenommen, abgekühlt, und dem Inhalte 50 ccm doppelt destillirtes Glycerin hinzugefügt und das Ganze gehörig durchgeschüttelt. Wenn die Lösung an einem dunkeln Orte aufbewahrt wird, so hält sie sich drei Monate lang vollkommen brauchbar.

Wird ein Streifen von gewöhnlichem, gut gewaschenem und getrocknetem Filterpapier mit dieser Diphenylaminlösung zu einem Viertel benetzt, so wird sie in dem Probirglase bei der geringsten Spur von salpetriger Säure eine grünliche Farbe annehmen, die allmälig dunkeler wird und dann plötzlich einen scharf auftretenden dunkelblauen Streifen an der Trennungslinie zwischen Reagens und Papier ergiebt. Wie bei allen dergleichen Reagentien kommt es auch hier manchmal vor, dass der blaue Streifen gar nicht auftritt. Es bleibt da eben nur übrig, die Probe mehrmals zu machen, jedoch ist die grüne Färbung des Streifens schon ein Zeichen, dass eine Reaction begonnen hat, und es liegt häufig an dem Feuchtigkeitsgehalte des Pulvers oder einer Verdünnung des Reagens durch andere Umstände,

Wärmeproben mit verschiedenen rauchlosen Pulvern.

Temperatur 80°. Versuchsmenge 1,500 g.

J = Jodkaliumpapier, G = Guttmann's Diphenylaminpapier.

Name des Pulvers	Bemerkungen	Zusammensetzung	Dauer in Minuten	
			J	G
Schiessbaumwolle von Waltham-Abbey	—	—	9	$8^1/_2$
Schultze	kleine weisse Körner	Holznitrocellulose und Salpeter	16	14
E. C. altes Fabrikat	vom Jahre 1882, kleine gelbe Körner	Nitrocellulose und Salpeter, ohne Kampher	10	11
E. C. Nr. 1	18 Monate alt, graue grosse Körner	desgl.	4	8
E. C. Nr. 2	18 Monate alt, orangefarbene grosse Körner	Nitrocellulose, Salpeter und Kampher	25	nicht geprüft
E. C. Nr. 3	neuerer Erzeugung, orangefarbene grosse Körner	desgl.	76 keine Spur	18
J_1 französisches Jagdpulver	1893, grünlichbraune grosse Splitter	Nitrocellulose und Ammoniumbichromat	10	9
J_2 desgl.	1893, dieselbe Farbe, kleinere Splitter	desgl.	10	8
Cannonit	kleine Cylindersegmente, schwarz mit rauher Oberfläche	Nitrocellulose, Salpeter und Harz graphitirt	13	13
Gewehrcannonit	desgl.	desgl.	22	23
Amberit	rosa, grosse Körner	Nitrocellulose, Baryumnitrat und Paraffin	8	9
Walsrode K_1	graue, kleine Körner	Nitrocellulose in Essigäther gelöst	57	22
Desgl. RP.	kleine weisse Körner	desgl.	50	20

Desgl. WGP 32/A	Blättchen, schwach graphitirt	desgl.	50	21
Desgl. Revolver	graue kleine Körner	desgl.	45	17
Desgl. KP_2	desgl.	desgl.	50	26
Desgl. Geschützpulver	Blättchen, 5 mm im Quadrat, 0,25 mm dick	desgl.	75 keine Spur	26
Jagdballistit	dünne Blättchen, graphitirt	Nitroglycerin und Nitrocellulose, ohne Lösungsmittel	13	13
v. Förster's Jagdpulver	dünne Blättchen	Nitrocellulose in Aceton	19	8
Desgl. Gewehrpulver Nr. 2	desgl. graphitirt, 18 Monate alt	desgl.	20	18
Desgl. Gewehrpulver Nr. 3	dünne Blättchen	desgl.	80 keine Spur	28
Maximit von Hudson Maxim	gelochte Schnüre	Nitroglycerin und Schiessbaumwolle	—	9
Plastomenit	braune Körner	Nitrocellulose und Dinitrotoluol	17	17
0,450 Rifleite	18 Monate alt, dunkelbraune Blättchen	Nitrocellulose und Nitrobenzol	14	18
Desgl.	neu, lichtbraune Blättchen	desgl.	11	11
0,303 Rifleite	graphitirte Blättchen	desgl.	16	17
0,250 desgl.	desgl.	desgl.	10	10
ZZ desgl.	desgl.	desgl.	10	11
Revolver desgl.	desgl.	desgl.	9	10
SS	weisse, grosse Körner	desgl.	10	10
SR	rosa, grosse Körner	desgl.	12	10
SV	desgl.	desgl.	9	7
Cooppalpulver	weisse, grosse Körner	Nitrocellulose, Salpeter und Paraffin, Lösungsmittel Aceton	60 keine Spur	9
Hiram S. Maxim	nach dem Patente hergestellt	Schiessbaumwolle und Nitroglycerin mit 2 Proc. Ricinusöl	60 120	11
Gewehr-Cordite	dünne Schnüre	Schiessbaumwolle und Nitroglycerin mit 5 Proc. Vaseline	90 37	10
Normalpulver	kleine Blättchen	Nitrocellulose	11	11

dass die Reaction nicht scharf auftritt. In Bezug auf diese Wärmeprobe muss hinzugefügt werden, dass weitere Versuche des Verfassers ergaben, es seien viele Minuten nöthig, um den gemahlenen Explosivstoff auf die Temperatur des Wasserbades zu bringen, und diese Zeit, welche für die Wärmetransmission nothwendig ist, wäre von der Dauer

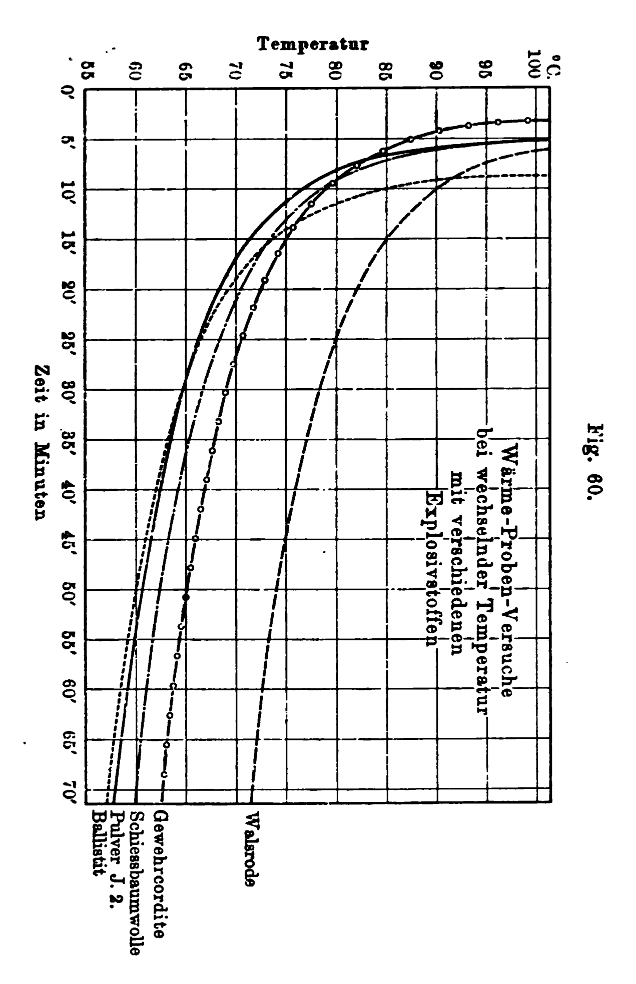


Fig. 60.

der Probe abzuziehen. Ebenso macht es einen Unterschied von etwa zwei Minuten, ob der Stöpsel in das Probirröhrchen fest eingesetzt oder lose ist. Die Tabelle auf S. 198 u. 199 zeigt, wie die Dauer der Wärmeprobe mit der Zusammensetzung und dem Reagens wechselt.

Mit Hülfe der Diphenylaminprobe fand der Verfasser, dass die Beziehungen der Wärme zu der Dauer der Probe für Zeitunterschiede von einer Minute in Abstufungen von 1° durch die folgende arithme-

tische Progression ausgedrückt werden können:

$$K + M, K + 2M, K + 4M, K + 8M \text{ u. s. w.},$$

wobei K eine Constante ist, welche der Verzögerung der Wärmeübertragung durch den Explosivstoff und der Verzögerung der Einleitung der Zersetzung entspricht. Die auf S. 200 abgebildeten Curven (Fig. 60), die nach thatsächlichen, gut übereinstimmenden Ergebnissen hergestellt wurden, zeigen die Progression als richtig.

Aus den Versuchen des Verfassers hat es sich aber auch gezeigt, dass es wohl kaum einen Explosivstoff giebt, welcher eine Temperatur von $82^2/_9{}^0$ 30 Minuten lang bestehen kann, ohne eine Reaction auf salpetrige Säure zu geben, und dass sonach die Anforderungen zu hoch gespannt sind. Der Verfasser empfiehlt deshalb, keine höhere Temperatur als 70^0 zur Prüfung zu nehmen, um auch genügend Spielraum für vergleichende Beurtheilung zu besitzen. Ohnedies ist diese Temperatur eine solche, welche unter gewöhnlichen Umständen nicht vorkommen wird.

Die chemische Untersuchung der rauchlosen Pulver kann unter Beobachtung der bei der Analyse der Sprenggelatine und der Schiessbaumwolle gemachten Angaben erfolgen. Mit Rücksicht auf die grössere Härte der rauchlosen Pulver ist es nothwendig, dieselben vorerst in einer Mühle zu vermahlen, wofür eine gewöhnliche Kaffeemühle mit stählernem Reibkegel genügt. Falls man befürchtet, dass von der Mühle kleine Eisenstückchen abgebrochen wären, so kann man dieselben mit Hülfe eines starken Magnetes auslesen. Die Feuchtigkeit und etwa noch anhaftendes Lösungsmittel bestimmt man durch Trocknen bei 40^0 und Aussetzen im Exsiccator.

Hat man es mit einem Nitroglycerinpulver zu thun, so wird man vorerst durch Extraction mit Aether das Nitroglycerin ausziehen. In der verbleibenden Nitrocellulose bestimmt man durch Ausziehen mit Aetheralkohol die lösliche Nitrocellulose und behandelt den rückständigen unlöslichen Theil in der üblichen Weise zur Bestimmung von Trinitrocellulose und nicht nitrirter Cellulose. Liegt ein reines Schiesswollpulver vor, so wird man dasselbe wie die Schiessbaumwolle untersuchen.

Zur Bestimmung des Stickstoffgehaltes ist es vortheilhaft, den von Prof. Lunge angegebenen syphonartigen Ansatz zum Nitrometer zu verwenden, weil das rauchlose Pulver sich nur langsam in der Schwefelsäure löst.

Die von rauchlosen Pulvern entwickelte Wärme und die Menge und Zusammensetzung ihrer Verbrennungsproducte wurden von William Macnab und E. Ristori untersucht, und die Ergebnisse ihrer Versuche sind in den nachfolgenden Tabellen enthalten:

T a

Wärmemenge, sowie Volumen und Zusammensetzung der Ver

Name des Explosivstoffes	Calorien pro Gramm	Permanente Gase Cubikcent. pro Gramm	Wasserdampf Cubikcent. pro Gramm
E. C.-Pulver . . . . } englisch	800	420	154
S. S.-Jagdpulver . . . . } englisch	799	584	150
Troisdorfer, deutsch	943	700	195
Rifleit, englisch	864	766	159
B. B., französisch	833	738	168
Cordite, englisches Fabrikat	1253	647	235
Ballistit, deutsches Fabrikat	1291	591	231
Ballistit, italienisches und spanisches Fabrikat	1317	581	245

T a

Wärmemenge, sowie Volumen und Analyse der Verbrennungsgase, ent
Mischungen dieser zwei Explosivstoffe, welche in der

Zusammensetzung des Explosivstoffes	Calorien pro Gramm	Permanente Gase Cubikcent. pro Gramm	Wasserdampf Cubikcent. pro Gramm
A. Nitroglycerin	1652	464	257
B. Nitrocellulose (13,30 Proc. Stickstoff) .	1061	673	203
C. {50 Proc. Nitrocellulose (N = 12,24) / 50 Proc. Nitroglycerin} . . .	1349	568	249
D. {50 Nitrocellulose (N = 13,30) / 50 Nitroglycerin} . . .	1410	550	247
E. {80 Nitrocellulose (N = 12,24) / 20 Nitroglycerin} . . .	1062	675	226
F. {80 Nitrocellulose (N = 13,30) / 20 Nitroglycerin} . . .	1159	637	227
G. {35 Nitrocellulose (N = 13,30) / 5 Vaseline / 60 Nitroglycerin} . . .	1280	627	236

b e l l e I.

brennungsgase, entwickelt pro Gramm aus folgenden Pulvern.

Gesammtvolumen der Gase calculirt auf 0° und 760 mm Cubikcent. pro Gramm	Procentuelle Zusammensetzung der permanenten Gase					Coëfficient der Potentialenergie
	CO_2	CO	CH_4	H	N	
574	22,9	40,6	0,5	15,5	20,5	459
734	18,2	45,4	0,7	20,0	15,7	586
895	18,7	47,9	0,8	17,4	15,2	844
925	14,2	50,1	0,3	20,5	14,9	799
906	13,2	53,1	0,7	19,4	13,6	755
882	24,9	40,3	0,7	14,8	19,3	1105
822	33,1	35,4	0,5	10,1	20,9	1061
826	35,9	32,6	0,3	9,0	22,2	1088

b e l l e II.

wickelt pro Gramm aus Nitroglycerin, Nitrocellulose und verschiedenen Nobel'schen Fabrik in Ardeer hergestellt wurden.

Gesammtvolumen der Gase auf 0° u. 760 mm gerechnet Cubikcent. pro Gramm	Procentuelle Zusammensetzung der permanenten Gase						Coëfficient der Potentialenergie
	CO_2	CO	CH_4	O	H	N	
741	63,0	—	—	4,0	—	33,0	1224
876	22,3	45,4	0,5	—	14,9	16,9	929
817	36,5	32,5	0,2	—	8,4	22,4	1102
797	41,8	27,5	0,0	—	6,0	24,7	1124
901	21,7	45,4	0,1	—	15,7	17,1	957
864	26,6	40,8	0,1	—	12,0	20,5	1001
863	26,7	39,8	0,5	—	12,8	20,2	1105

Tabelle III.

Entwickelte Wärme von Explosivstoffen, welche Nitroglycerin und Nitrocellulose in verschiedenen Verhältnissen enthalten.

Zusammensetzung der Explosivstoffe			Calorien pro Gramm
Nitrocellulose (N = 13,3 Proc.)		Nitroglycerin	
100 Proc. (trockene Nitrocellulose)		0 Proc.	1061
100 „ (gelatinirt)		0 „	922
90 „		10 „	1044
80 „		20 „	1159
70 „		30 „	1267
60 „		40 „	1347
50 „		50 „	1410
40 „		60 „	1467
0 „		100 „	1652
Nitrocellulose (N = 12,24 Proc.)			
80 Proc.		20 „	1062
60 „		40 „	1288
50 „		50 „	1349
40 „		60 „	1405
Nitrocellulose (N = 13,3 Proc.)	Vaseline		
55 Proc.	5 Proc.	40 „	1134
35 „	5 „	60 „	1280

Tabelle IV.

Entwickelte Wärme und Analyse der permanenten Gase, entstanden in einem geschlossenen Gefässe, aus welchem die Luft nicht ausgepumpt wurde. Der Explosivstoff war in allen Fällen Ballistit italienischer Erzeugung.

Beschickung	Calorien pro Gramm	Analyse der permanenten Gase			
		CO_2	CO	H	N
2 g	1587	37,0	17,6	3,2	42,2
3 „	1485	36,4	22,0	4,6	37,0
4 „	1446	36,2	24,6	6,1	33,1
5 „	1415	36,2	26,0	7,2	30,6
6 „	1380	36,3	27,0	7,9	28,6

Tabelle V.

Ursprüngliche Zusammensetzung und Metamorphose von Nitrocellulose, Nitroglycerin und verschiedenen Pulvern, welche aus Mischungen dieser zwei Explosivstoffe hergestellt wurden.

Gattung des Explosivstoffes	Zusammensetzung in Gewichtsprocenten				Verbrennungsproducte in Gewichtsprocenten						
	Kohlenstoff C	Sauerstoff H	Wasserstoff O	Stickstoff N	Kohlensäure CO_2	Kohlenoxyd CO	Sumpfgas CH_4	Sauerstoff O	Wasserstoff H	Stickstoff N	Wasser H_2O
A. Nitroglycerin	15,70	63,00	2,30	18,80	57,60	—	—	2,70	—	18,80	20,70
B. Nitrocellulose (N = 13,30 Proc.) . . .	24,58	57,68	2,73	13,60	29,27	38,52	0,24	—	0,86	13,60	16,30
C. Proc. 50 Nitrocellulose (N = 12,24 Proc.), 50 Nitroglycerin . . .	21,15	60,67	2,67	15,58	41,00	23,10	0,08	—	0,40	15,58	20,01
D. 50 Nitrocellulose (N = 13,30), 50 Nitroglycerin . . .	20,47	61,23	2,49	16,35	45,30	19,00	0,00	—	0,30	16,35	19,90
E. 80 Nitrocellulose (N = 12,24), 20 Nitroglycerin . . .	24,37	58,98	2,98	14,00	28,90	38,40	0,05	—	1,00	14,00	18,20
F. 80 Nitrocellulose (N = 13,30), 20 Nitroglycerin . . .	23,11	58,98	2,71	15,84	33,40	32,60	0,04	—	0,70	15,84	18,20
G. 35 Nitrocellulose (N = 13,30), 5 Vaseline, 60 Nitroglycerin . . .	22,20	59,00	2,88	15,46	33,00	31,30	0,20	—	0,70	15,46	19,00
H. Cordite, englisches Fabrikat	22,91	57,72	2,95	15,19	31,76	32,68	0,32	—	0,86	15,19	18,08
K. Ballistit, ital. u. span. Fabrikat . . .	21,47	60,83	2,68	15,80	41,11	23,76	0,12	—	0,47	15,80	19,69

Explosivstoffe aus aromatischen Kohlenwasserstoffen.

A. Pikrinsäure und Pikrate.

Die im Jahre 1788 von Haussmann entdeckte Pikrinsäure wurde schon vor 40 Jahren als Explosivstoff verwendet, jedoch für zu gefährlich gehalten, um einer allgemeinen Verwendung fähig zu sein. Erst mit der Einführung des Melinit in Frankreich hat man wieder die Aufmerksamkeit derselben zugewendet.

Die Erzeugung von Pikrinsäure erfolgt jetzt gewöhnlich durch Herstellung von Phenolsulfonsäure und Nitriren derselben in Salpetersäure. Carbolsäure und concentrirte Schwefelsäure werden zu gleichen Theilen in mit Rührwerken versehenen eisernen Gefässen mittelst Dampf auf 100 bis 120° erhitzt, und sobald die entstandene Mischung in kaltem Wasser vollkommen löslich ist, lässt man sie abkühlen und giebt die zweifache Menge Wasser hinzu. In Steinzeugtourils befindet sich sodann Salpetersäure von 1,400 spec. Gewicht, und in diese lässt man die Phenolsulfonsäure allmälig hineinfliessen. Im Anfange erfolgt die Reaction sehr stürmisch unter Entwickelung grosser Mengen von Dämpfen von salpetriger Säure, sobald aber die Reaction schwächer wird, muss man mit Dampf erhitzen, zu welchem Zwecke die Steinzeuggefässe in einem Wasserbade stehen. Nach dem Erkalten scheidet sich die Pikrinsäure in grossen krystallinischen Kuchen aus. Sie wird dann in einer Centrifugalmaschine von der Mutterlauge getrennt, mit warmem Wasser ausgewaschen, und schliesslich in heissem Wasser gelöst und abermals auskrystallisiren gelassen. Um vollständig reine Pikrinsäure zu erhalten, verwandelt man sie durch Hinzufügung von Sodalauge in ein Natriumpikrat, das nach dem Waschen in kochendem Wasser gelöst und durch einen Ueberschuss von Schwefelsäure wieder zersetzt wird, wobei Pikrinsäure und Natriumsulfat entstehen. Die Pikrinsäure bildet lange, flache, glänzend gelbe Nadeln. Sie hat einen ausserordentlich bitteren Geschmack und reagirt stets sauer. Sie ist schwer löslich in kaltem Wasser, leicht in Alkoholäther und Benzol und färbt animalische Gewebe echt gelb. Sie schmilzt bei 122,5°. Vorsichtig weiter erhitzt, sublimirt sie, während sie, plötzlich erhitzt, explodirt. Man hat bis vor wenigen Jahren die Erzeugung von Pikrinsäure für nicht gefährlich gehalten; erst seit einer grossen Explosion, die im Jahre 1887 in Manchester stattfand, hat man sie zuerst in England unter die Explosivstoffe eingereiht. Es können nämlich selbst sehr oberflächliche Mischungen von Pikrinsäure und Bleiglätte oder Bleinitrat, Strontiumnitrat u. s. w. heftig detonirende Mischungen ergeben, ja die blosse Berührung von Bleiglätte und brennender Pikrinsäure führt zur Detonation der ganzen Masse.

Obgleich die Pikrinsäure nicht genügend Sauerstoff enthält, um eine vollständige Verbrennung herbeizuführen, so ist sie doch einer der



kräftigsten bekannten Explosivstoffe, da sie bei hoher Temperatur oder bei starker Initialzündung vollständig zerfällt. An sich, bloss entzündet, brennt sie mit tief schwarzer, stark russender Flamme unter Entwickelung schwarzer, bitterer Dämpfe, ohne zu explodiren. Wird Pikrinsäure in feinen Krystallen in einem geschlossenen Gefässe entzündet, so explodirt sie mit geringer Wirkung ähnlich wie Schiesspulver, wenn sie jedoch entweder in gepresstem oder in geschmolzenem Zustande durch starke Zündhütchen oder Auflegen einer Schiesswollladung abgefeuert wird, so detonirt sie mit grosser Heftigkeit, und ihre Kraft ist der des stärksten Dynamites oder der Schiessbaumwolle weit überlegen.

Im Jahre 1886 hat man in Frankreich Pikrinsäure mit in Aether gelöster Collodiumwolle gemischt und zu Patronen geformt als Melinit bei der Armee eingeführt.

Turpin wies jedoch um dieselbe Zeit nach, dass geschmolzene Pikrinsäure für sich viel heftiger explodire, und thatsächlich kann dieselbe durch starke Zündhütchen oder eine Zündpatrone aus trockener Schiessbaumwolle zur Detonation gebracht werden. Das heutige Melinit besteht wahrscheinlich aus geschmolzener Pikrinsäure, und dieselbe ist unter dem Namen Lyddit in England eingeführt worden.

Da die Pikrinsäure in Verbindung mit den Metallwänden der Geschosse pikrinsaure Salze von nicht genügender Stabilität bilden kann, versucht man jetzt, stabile Pikrate zu verwenden. Schon Désignolle, Brugère und Abel versuchten Pikrate im Jahre 1869. Gegenwärtig wird wieder insbesondere Ammonpikrat vielfach, z. B. in England, verwendet, in Amerika auch als Bestandtheil für rauchlose Pulver. Es lässt sich dies in leichter Weise herstellen, indem man eine heisse Lösung von Pikrinsäure mit einer concentrirten Lösung von Ammoniak sättigt, oder indem man Ammoniakgase in eine heisse Lösung von Pikrinsäure leitet, oder indem man eine Lösung von Pikrinsäure und kohlensaurem oder schwefelsaurem Ammoniak zusammenbringt.

B. Andere aromatische Nitroproducte. Der Pikrinsäure nahestehend ist das Trinitrokresol, welches aus dem Kresol in derselben Weise wie Pikrinsäure erzeugt wird. Es ist gleichfalls ein gelber, nadelförmig krystallisirender Körper, welcher wenig löslich in kaltem, mehr in kochendem Wasser, in Alkohol und Aether löslich ist, und bei etwa 100^0 schmilzt.

Das Trinitrokresol wird gegenwärtig in Frankreich unter dem Namen Cresylite und anderwärts als Füllung von Sprenggeschossen und Torpedos verwendet. Zu diesem Zwecke wird es ebenso wie die Pikrinsäure geschmolzen und in die Geschosse eingegossen. Ein Aufsatz von Schiessbaumwolle bewirkt die Detonation der Ladung.

In Oesterreich wird unter dem Namen Ecrasit das Ammonsalz des Trinitrokresols verwendet (Ecrasit ist jetzt anders zusammengesetzt). Dasselbe wird wie Ammonpikrat hergestellt. Es wird entweder

durch Rammen mit hölzernen Werkzeugen in die Geschosse eingepresst, oder es wird durch Pressen in Formen gebracht. Es bedarf Zündhütchen von 2 g Füllung, um mit Sicherheit zur Explosion gebracht zu werden. Nach österreichischen Berichten ist es von schwefelgelber Farbe, fühlt sich fett an, soll gegen Feuchtigkeit, Temperaturunterschiede, Stoss und Reibung, selbst Gewehrschüsse unempfindlich sein, bei 100° schmelzen und directer Gluth oder Flamme ausgesetzt, bloss verbrennen. Andererseits hat im Laboratorium des österreichischen Militärcomités beim Füllen einer Granate mit Ecrasit eine Explosion stattgefunden, deren Ursache nicht ermittelt wurde. Die Wirkung des Ecrasits soll ungefähr die doppelte des Dynamites sein.

Nitrobenzol, Dinitrobenzol und Trinitrobenzol treten manchmal in die Zusammensetzung von Explosivstoffen ein. Ein eigentlicher Explosivstoff ist nur das Trinitrobenzol, da sowohl Mono- als Dinitrobenzol für sich allein selbst durch Zündhütchen nicht zur Explosion zu bringen sind. Nitrobenzol ist bekanntlich flüssig und siedet zwischen 205 und 210°. Reines Metadinitrobenzol schmilzt bei 89°.

Hermann Güttler verwendet für sein Plastomenit Di- und Trinitrotoluol, worüber wir schon auf S. 193 gesprochen haben. Das Dinitrotoluol für sich allein ist kein Explosivstoff.

Mono- und Dinitronaphtalin werden nur ausnahmsweise für Explosivstoffe verwendet, letzteres im Ammonit (Favier's Explosivstoff) und wird daselbst durch fortgesetztes Nitriren des Mononitronaphtalins hergestellt. Es schmilzt bei 185°, in ganz reinem Zustande jedoch erst bei 216°; Trinitro- und Tetranitronaphtalin werden derzeit noch nicht verwendet.

Knallquecksilber und Zündhütchen.

Knallquecksilber wurde im Jahre 1799 von Howard entdeckt und seine Zusammensetzung durch Liebig und Gay-Lussac festgestellt.

Gerhardt war der Erste, welcher die Vermuthung aussprach, dass in dem Knallquecksilber eine Nitrogruppe enthalten sei, und Kekulé wies nach, dass dem Körper folgende rationelle Formel (mit neuen Atomzeichen) zukomme: $C(NO_2)(CN)Hg$.

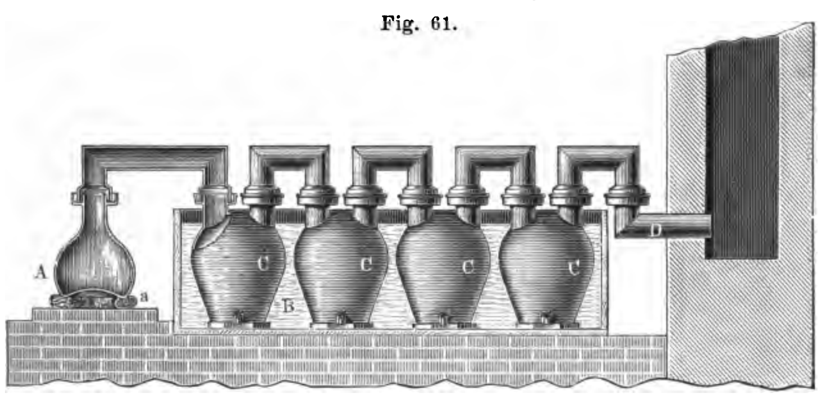
Gegenwärtig wird das Knallquecksilber nach einem von Chandelon angegebenen Verfahren hergestellt.

In Frankreich löst man 3 Thle. Quecksilber (0,300 kg) in 30 Thln. Salpetersäure von 40° B. und giesst die Lösung in einen grossen Ballon, welcher 19 Thle. 90 procentigen Alkohol enthält. Gegen das Ende der Operation giebt man in zwei Partien 2,38 und 1,58 Thle. Alkohol zu. Man wäscht sodann das Knallquecksilber 24 Stunden lang und trocknet es auf Löschpapier. Nach in Frankreich ausgeführten Versuchen zeigte

es sich, dass, wenn man zu Ende der Operation zu grosse Mengen kalten Alkohols zugiebt, man ein leichtes weisses Pulver durch Reduction erhält, welches ein explosives Quecksilbernitrat zu sein scheint und die Qualität des Knallquecksilbers beeinträchtigt.

In den meisten Fabriken bereitet man das Knallquecksilber in der Weise, dass man in einem Glasballon einen Theil Quecksilber in einem Theile Salpetersäure von 40° B. (spec. Gew. 1,383) auflöst, und die Lösung in einen Glasballon *A* (Fig. 61) giebt, welcher auf einem

Fig. 61.



Strohkranze *a* steht und 10 Thle. Alkohol enthält. Mit diesem Ballon ist eine Reihe von in einem Wassertroge *B* stehenden Tourilles *C* verbunden, und von dem letzten Tourille führt ein Rohr *D* entweder in einen Schornstein oder in einen Condensationsthurm. Nach einiger Zeit beginnt die Reaction, welche anfangs sich nur durch eine schwache Gasentwickelung bemerkbar macht. Bald jedoch geräth die Flüssigkeit ins Sieden, und unter starkem Schäumen entweichen zuerst weisse Dämpfe von Kohlensäure, Salpeteräther, Essigäther u. s. w., sodann rothe Dämpfe von Stickoxyd.

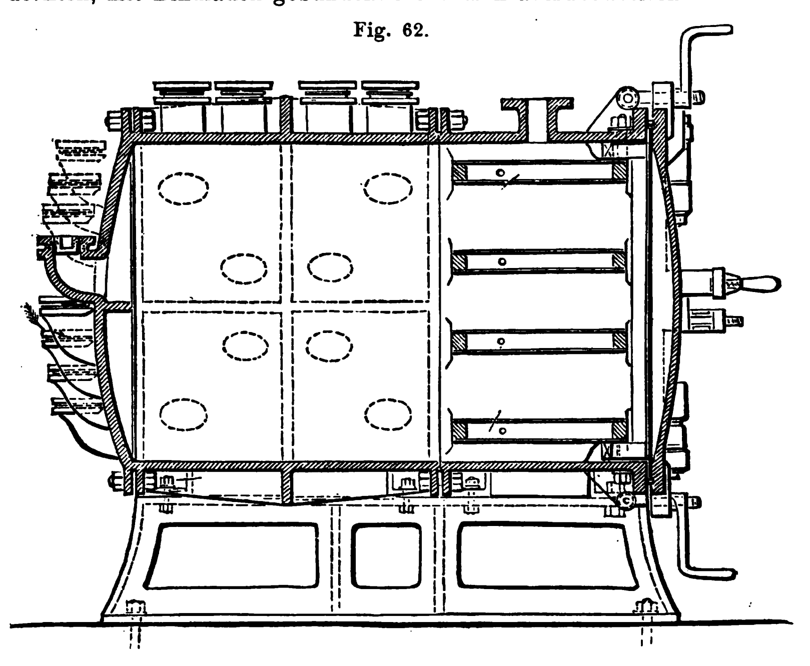
Die Reaction dauert eine Viertelstunde, nach welcher Zeit sich das Knallquecksilber in kleinen, schwach grau gefärbten Nadeln abscheidet. Der Inhalt des Glasballons wird auf ein Filter gebracht, welches aus einem auf einem Holzgestelle ruhenden, mit Leinwand benagelten Holzrahmen besteht. Auf diesem Filter wird es zehn- bis zwölfmal mit Wasser gewaschen, bis es auf Lackmus keine Röthung mehr zeigt. Man stellt die Filter sodann an die Luft und lässt sie, vor Sonnenlicht geschützt, trocknen, bis sie noch 10 bis 15 Proc. Feuchtigkeit enthalten. Die Ausbeute beträgt etwa 125 Thle. Knallquecksilber für 100 Thle. Quecksilber, während die theoretische Ausbeute sich auf 142 Thle. beläuft.

Englische Versuche haben gezeigt, dass die Methode Chandelon's bei grosser Ausbeute ein treffliches Präparat liefert, während bei Anwendung der Materialien in anderen Verhältnissen entweder gar kein Knallquecksilber oder nur geringe Mengen sich bilden; so wird aus

1 Thle. Quecksilber, 8 Thln. Salpetersäure (spec. Gew. 1,37) und $6^1/_2$ Thln. Alkohol (0,896 spec. Gew.) keine merkliche Ausbeute erzielt. Stahlschmied fand, dass Knallquecksilber auch bei Anwendung von Lignin statt Weingeist entstand. Dagegen bildete sich dasselbe nicht, wenn reiner Methylalkohol mit salpetersaurem Quecksilberoxyd und Salpetersäure erwärmt wurde.

Das fertige Präparat wird in Portionen von höchstens 8 g in Papier eingeschlagen und manchmal in hölzerne Kästen verpackt, man zieht aber vor, es entweder in Büchsen aus Papiermaché mit etwa 15 Proc. Feuchtigkeit oder ganz unter Wasser in mit Leinwand überdeckten, mit Bindfaden gebundenen Gefässen aufzubewahren.

Fig. 62.



Soll Knallquecksilber getrocknet werden, so giebt man es in besonderen Trockenhäusern auf Holzrahmen, welche mit Bindfaden netzartig überzogen sind, und auf dieses Netzwerk wird Leinwand oder Papier ausgebreitet. Die Temperatur wird unter 40° erhalten, und das trockene Knallquecksilber mit grosser Vorsicht gehandhabt.

In neuerer Zeit kommt der Vacuumtrockenapparat von Emil Passburg in Breslau immer mehr in Verwendung für die Trocknung von Knallquecksilber, aber auch für Anilinfarben, Nitroproducte und dergleichen. In Fig. 62 ist ein solcher Apparat im Querschnitte dargestellt. Er besteht aus einem gusseisernen Kasten, welcher in eine Trockenkammer und einen Expansionsraum eingetheilt ist. Im Trockenraume befinden sich Heizplatten, die durch Dampf erwärmt oder durch

Wasser gekühlt werden können, und die zu trockenden Knallquecksilbersätze werden in flachen Tassen auf die eisernen Platten gebracht. Der Expansionsraum besitzt 44 grosse Stutzen, auf welchen je ein gusseiserner Deckel mit Hülfe eines Gummiringes aufliegt. Wird nun bei geschlossenem Apparate mit Hülfe einer Luftpumpe in demselben ein Vacuum erzeugt, so werden die Deckel auf die Stutzen aufgedrückt. Falls jedoch eine Zersetzung des Knallquecksilbers in dem Apparate stattfindet, so werden die Ventile von ihren Sitzen geschleudert und gewähren so den Gasen freien Abzug. Der Apparat arbeitet sehr gut und ermöglicht eine rasche Trocknung bei grosser Sicherheit.

Knallquecksilber ist entweder grau oder weissgrau, je nachdem metallisches Quecksilber fein vertheilt darin ist. Man kann es reinigen, indem man es in kochendem Wasser auflöst und daraus neu auskrystallisirt. Es bildet octaëdrische Krystalle, welche häufig an einander gereihte Nadeln zeigen. Sie sind in kaltem Wasser fast unlöslich; aus heissem Wasser, von dem 130 Thle. erforderlich sind, um einen Theil zu lösen, krystallisirt das Präparat schwach gelblich gefärbt, mit schönem Seidenglanze aus. Es besitzt einen sauersüssen Metallgeschmack und ist, wie alle Quecksilberverbindungen, sehr giftig.

Knallquecksilber kann durch mässigen Schlag, sowie durch Reibung mit harten Körpern detonirt werden. Die Explosion ist ausserordentlich heftig und momentan. Wenn man es von 70° anfangend langsam erhitzt, so explodirt es nach Hess bei 152°; rasch erhitzt bei 187°. Freiliegend durch einen brennenden Körper entzündet, verpufft es nur mit mässigem Knall, durch Inductionsfunken jedoch erfolgt Detonation. Die Explosivität kann durch Befeuchten geschwächt, ja fast ganz aufgehoben werden: bei einem Wassergehalte von 5 bis 30 Proc. explodiren nur die von einem starken Schlage direct getroffenen Theilchen; die Zersetzung theilt sich den benachbarten nicht mit. Dagegen ist es, nach Versuchen von Cross und Bevan, immerhin möglich, dass in Wasser suspendirtes Knallquecksilber explodire, wenn das Ganze in eine metallische Hülle eingeschlossen ist, und einzelne Theile direct getroffen werden.

Von den deutschen Fabrikinspectoren sind Fälle beobachtet worden, dass Knallquecksilber bei der Fabrikation im nassen Zustande explodirte.

Beim Pressen verhält sich Knallquecksilber verschieden, je nachdem es für sich allein oder zu Satz vermengt ist. Reines Knallquecksilber explodirte nicht bei 7000 kg Druck pro Quadratcentimeter. Wenn es jedoch mit Sand oder Cokepulver vermischt war, so explodirte es sofort bei dem geringsten Drucke. Aehnlich verhält sich Knallquecksilber gegen Reibung. Stabilitätsbestimmungen des Knallquecksilbers wurde von Hess und Dietl durchgeführt. Die übliche Stabilitätsbestimmung, welche darauf beruht, durch Erwärmen salpetrige Säure frei zu machen, ist bei dem Knallquecksilber nicht möglich, weil es bei seiner Zersetzung

die Nitrogruppe gewissermaassen in sich selbst aufzehrt. Hess und Dietl haben deshalb die Beurtheilung der Stabilität auf Grund der Erscheinung vorgenommen, wonach Knallquecksilber bei langer Exponirung unter einer Temperatur von 90 bis 95° allmälig in ein braungelbes Pulver von unveränderter Krystallform der Theile verwandelt wird, welches nicht explosiv und sogar schwer verbrennbar ist. Hess und Dietl schreiben diese Erscheinung einer Art von Umlagerung der Atome im Moleküle, vielleicht einer Isomerisirung oder Polymerisirung zu. Die Prüfung wurde in der Weise vorgenommen, dass in einem Probirgläschen 0,5 g loses Knallquecksilber in einem Wasserluftbade bei 90 bis 95° ausgesetzt wurden. Nasses Knallquecksilber verlor die Explodirbarkeit innerhalb 75½ Stunden, im Exsiccator getrocknetes nach 81 Stunden, mit Alkohol und Aether gewaschenes und durch Abblasen getrocknetes Knallquecksilber hielt 97 Stunden aus. Spuren von Salpetersäure, welche von der Waschung im Knallquecksilber zurückgeblieben waren, oder künstlich hinzugefügt wurden, hatten den Effect, dass das Knallquecksilber seine Explodirbarkeit 14 bis 22 Stunden länger beibehielt.

Knallquecksilber kann nicht als Treibmittel verwendet werden, weil es zu brisant ist. Die Zersetzung ist so plötzlich, dass in der kurzen Zeit ihrer Dauer selbst starke Rohrwände gesprengt würden. Es wird deshalb fast ausschliesslich als Zündungsmittel angewendet und zwar in der Regel mit anderen brennbaren Körpern gemischt, um den Zersetzungsprocess zu verlangsamen und seine Wirkung nachhaltiger zu machen.

Zündhütchen. Josef Egg, ein englischer Büchsenmacher, war nach Einigen der Erste, welcher im Jahre 1815 Zündhütchen herstellte. Oberst Hawker in seinem Buche über die „Jagd“ (1830) behauptet, dass er zum ersten Male Pyramiden und Zündhütchen nach seinen Angaben herstellen liess. Die kleinen, an einem Ende geschlossenen Kupfercylinder mit einer Pille Knallquecksilber am Boden sind für Gewehre allgemein bekannt, weniger die sogenannten Sprengkapseln oder Sprenghütchen, welche 6 bis 8 mm Durchmesser und eine Höhe von 15 bis 40 mm haben und bis zu 2 g Knallquecksilberfüllung enthalten.

Der für Zündhütchen verwendete Satz wechselt je nach dem Pulver und der Grösse der Ladung.

Für die Martiny-Henry-Gewehre nimmt man in England 2¼ Thle. Knallquecksilber, 2¼ Thle. chlorsaures Kali und 1½ Thle. Schwefelantimon.

Für Kanonen nimmt man in England 3 Thle. Knallquecksilber, 1½ Thle. chlorsaures Kali, 1½ Thle. Schwefelantimon.

In ähnlicher Weise sind fast überall die Zündsätze zusammengesetzt, wenn sie trocken gemischt werden sollen.

In der Schweiz nimmt man für Metallpatronen und Revolver 600 g

Knallquecksilber, 75 g chlorsaures Kali, 300 g Glaspulver und vermischt sie mit 45 g einer Gummilösung aus 1 Thle. arabischem Gummi und 2 Thln. Wasser; für Geschützzündhütchen 60 g Knallquecksilber, $7^1/_2$ g chlorsaures Kali, 30 g Glaspulver und $7^1/_2$ g Gummilösung aus 1 Thle. Gummi und 1 Thle. Wasser; für Granatenzündhütchen werden 4 Thle. chlorsaures Kali, 4 Thle. Schwefelantimon und 1 Thl. Glaspulver mit Weingeist vermischt.

Für Nordenfeldt-Kanonen besteht der Zündsatz in England aus 3 Thln. Knallquecksilber, 3 Thln. chlorsaurem Kali, 2 Thln. Schwefelantimon, 1 Thle. Glaspulver, welche mit einer Lösung von $^1/_4$ Thle. arabischem Gummi und $^1/_{60}$ Thle. Drachengummi, beide gesondert in je 5 Thln. Wasser gelöst, gemischt werden.

Das Mischen des Zündsatzes ist eine gefährliche Operation, da das Knallquecksilber gegen Reibung sehr empfindlich ist. Sie erfolgt entweder nass oder trocken.

Bei der Mischung auf nassem Wege wird der Zündsatz gewöhnlich mit einer Gummilösung, seltener einer solchen von Schellack oder Benzoë in Alkohol, vermischt und in einem Porcellan- oder Holzmörser mit einem hölzernen Pistill etwa 14 Stunden lang verrieben. Das Pistill hängt gewöhnlich an einer Stange an der Decke. Der Satz kommt sodann feucht in die Zündhütchen, oder er wird vorher in Trockenhäusern von Feuchtigkeit befreit.

Die Trockenhäuser werden auf höchstens 40° erwärmt. Die Rahmen bestehen aus Holz und sind mit Bindfaden netzartig überzogen. Der Zündsatz kommt auf Leinwand oder auf ausgebreitetes Glanzpapier.

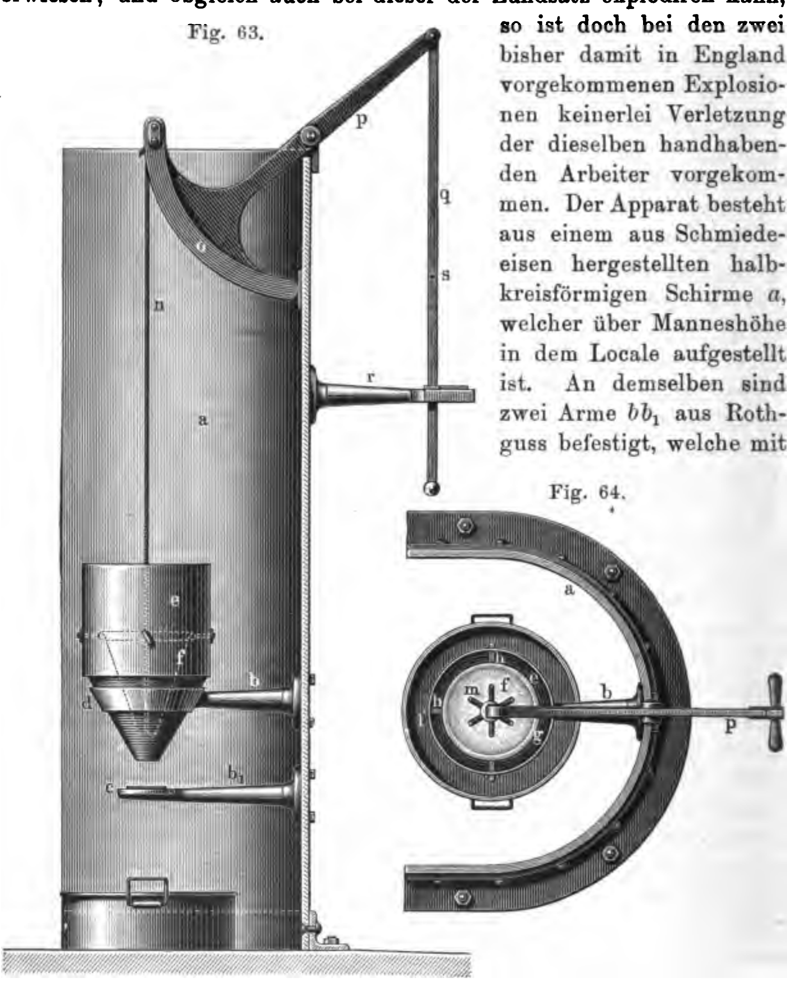
Bei der trockenen Mischung wird an manchen Orten der Zündsatz durch allmäliges Auftragen der einzelnen Bestandtheile auf ein Papier und durch Vermischen mit Hülfe eines langen Gänse- oder Schwanenkieles hergestellt. Der Arbeiter befindet sich dabei hinter einer Schutzwand, und nur seine Arme und Augen sind frei. Eine andere Art der Mengung besteht darin, dass man das Papier abwechselnd an je zwei diagonal gegenüberstehenden Enden anfasst und den Satz in einander laufen lässt. In beiden Fällen kommt sodann der Satz durch ein Haarsieb oder durch ein feines Metallsieb durch langsames Neigen hindurch, was eine ziemlich gute Mischung ergiebt.

Diese beiden Arten der Mischung haben vielfach zu Explosionen Veranlassung gegeben. Man hat sich zwar bemüht, die Gefahr dadurch zu vermindern, dass man die Tische mit Filz belegte und die Arbeiter hinter einen Schirm stellte, und dass man ferner die in dem Locale gestattete Quantität auf ein Minimum, gewöhnlich auf höchstens etwa 200 g, reducirte; die Zündsätze aber, insbesondere jene, welche Glaspulver oder Schwefelantimon enthalten, sind so sehr empfindlich und so leicht Zufälligkeiten ausgesetzt, dass bei Gebrauch aller Vorsicht und bei Verwendung best geschulter und lang erprobter Arbeiter Unglücksfälle mit diesen Mischungsweisen häufig vorkommen.

In Frankreich wurde deshalb zuerst, und später in England, eine Mischvorrichtung für trockenen Zündsatz eingeführt, welche in Fig. 63 im Querschnitte und in Fig. 64 im Grundrisse abgebildet ist. Sie hat sich während mehrjährigen Gebrauches als vollkommen ungefährlich erwiesen, und obgleich auch bei dieser der Zündsatz explodiren kann, so ist doch bei den zwei bisher damit in England vorgekommenen Explosionen keinerlei Verletzung der dieselben handhabenden Arbeiter vorgekommen. Der Apparat besteht aus einem aus Schmiedeeisen hergestellten halbkreisförmigen Schirme a, welcher über Manneshöhe in dem Locale aufgestellt ist. An demselben sind zwei Arme bb_1 aus Rothguss befestigt, welche mit

Fig. 63.

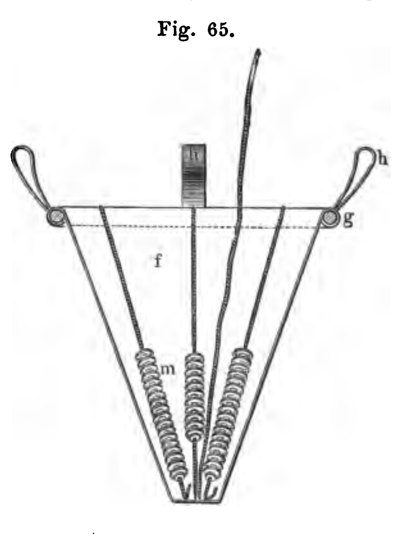
Fig. 64.



Leder überzogen sind. Der eine derselben, b_1, endigt in eine Platte c, welche als Untersatz für das Gefäss zur Aufnahme des gemischten Zündsatzes dient, der zweite endigt in einen mit Leder überzogenen conischen Ring d. In diesen wird eine Büchse e aus Sohlenleder eingesetzt, deren oberer Theil cylindrisch, der untere conisch geformt ist und welche unterhalb, gegenüber dem Sammelgefässe, eine Oeffnung besitzt. In dieser ist ein oben 10 Zoll (255 mm)

weiter, und $10^1/_2$ Zoll (266 mm) hoher Beutel *f* aufgehängt, welcher in Fig. 65 in vergrössertem Maassstabe gezeichnet ist. Derselbe besteht aus einem Ringe *g* aus Guttapercha, über welchen ein Beutel aus weisser Seide gespannt ist. Vier Lederschlingen *h* sind an dem Ringe befestigt und gehen durch entsprechende Löcher der Büchse hindurch, wo sie mit Lederkeilen *l* festgestellt werden. In dem Beutel sind sechs Schnüre *m* aufgenäht, deren jede aus einer Anzahl von abwechselnd grossen und kleinen Kautschukringen besteht. Die grossen Ringe haben einen Durchmesser von 15 mm, die kleinen einen solchen von 8 mm. Vier solcher Schnüre enthalten je 18 grosse und je 18 kleine Ringe, zwei derselben haben je 11 grosse und je 11 kleine Ringe. Manchmal sind statt der aufgenähten Schnüre kleine Gummikugeln in den Beutel gelegt, doch ist bei denselben zu grosse Reibung und Schlag möglich. An der Spitze des Beutels ist eine Schnur *n* befestigt, welche sich nach oben fortsetzt und über ein hölzernes Kreissegment *o* gespannt ist. Dieses ist an einem Hebel *p* befestigt, welcher in einem an dem Schirme angebrachten Charniere beweglich aufgehängt ist, und durch eine am Ende des Hebels angebrachte Zugstange *q* auf und ab bewegt werden kann. Die Stange geht durch einen am Schirme befestigten Arm *r* hindurch und wird nach abwärts von einem durch die Stange gesteckten Stifte *s* begrenzt, während in ihrer Bewegung nach aufwärts das Kreissegment an den Schirm anstösst. An den beiden Anschlagflächen sind Filzplatten zur Milderung des Stosses angebracht. Indem nun der Arbeiter hinter dem Schirme steht und an der Zugstange zieht, wird der Beutel theilweise nach oben gezogen, der Zündsatz fällt zwischen die Ringe und dieselben verursachen in ihrer Auf- und Abbewegung eine gründliche Durchmischung desselben. Will man den Beutel entleeren, so zieht man ihn vollständig nach oben, wodurch der Zündsatz über den Gummiring in den Zwischenraum zwischen Beutel und Büchse fällt und durch den conischen Untertheil der Büchse in das Sammelgefäss rinnt.

Fig. 65.



Man giebt gewöhnlich zuerst das Schwefelantimon in den Beutel; hierauf setzt man einen Trichter aus Pappendeckel auf, über welchen man ein Sieb legt. Durch dasselbe reibt man das chlorsaure Kali mit Hülfe einer Bürste hindurch, schüttelt den Trichter etwas, um das chlorsaure Kali vollständig einzutragen, sodann füllt man das Knall-

quecksilber auf und mischt durch Bewegen des Beutels während drei Minuten.

Der fertige Zündsatz wird entweder in Büchsen aus lackirtem Pappendeckel oder, gegenwärtig allgemeiner, in solchen aus Hartkautschuk zur weiteren Verwendung aufbewahrt. Feucht bereiteter Zündsatz wird durch Haarsiebe gepresst, um die Zündmasse in feine Körner zu verwandeln, wodurch sie zur späteren Einfüllung in Zündhütchen geeigneter gemacht wird. Die Siebe müssen jedesmal mit Wasser sorgfältig gereinigt werden.

Das Laden der Zündhütchen erfolgt durch sogenannte Hände. Drei Bronzeplatten sind auf einander geschoben und sämmtlich mit einer Anzahl von Löchern vom Durchmesser der Hütchen durchbohrt, und diese ruhen in einer geeigneten Form auf einem Tische. Durch Verschiebung der mittleren Platte befinden sich ihre Löcher gegenüber den vollen Theilen der anderen Platten. Man füllt nun Knallquecksilbersatz in die obere Platte, bis die Löcher genau voll sind, schiebt die mittlere Platte in ihre ursprüngliche Lage zurück, und der Knallquecksilbersatz fällt sodann in die in der untersten Platte befindlichen Zündhütchen, worauf diese Platte entfernt und unter eine Presse gebracht werden kann. Daselbst werden durch eine Anzahl von auf einem Querhaupte befestigten Stempeln je eine Reihe von Zündhütchen einem Drucke von etwa 100 kg ausgesetzt. Sodann werden sie mit einem Firnissdeckel oder einem Blättchen aus Kupfer oder Neusilber bedeckt, was wieder durch ähnliche Stempel erfolgt. Für grössere Zündhütchen verwendet man sehr starke Pressen und werden solche häufig einzeln gepresst. Geladene Gewehr-Zündhütchen sind verhältnissmässig ungefährlich, und selbst grosse Mengen explodiren nicht gleichzeitig.

Flüssige Luft.

Linde in Berlin hat die Verwendung flüssiger Luft zum Sprengen patentirt, und Versuche werden gegenwärtig in der Carbonit-Fabrik Schlebusch durchgeführt. Es genügt, sie in eine Hülse einzuschliessen, und durch ein Zündhütchen zu detoniren, um eine ausserordentlich heftige Wirkung zu erzielen. Bisher scheint die Handhabung jedoch noch unsicher zu sein.

Zündschnüre.

Nur an wenigen Orten findet man noch ältere Arten von Zündungen in Verwendung; solche sind: Die Halmzündung, bestehend aus unbeschädigten Strohhalmen, welche mit feinkörnigem Pulver gefüllt und verklebt sind; die Zündruthen bestehen aus der Hälfte eines Schilfrohres, in welche ein Brei aus mit Wasser angemachtem Pulver eingestrichen

und getrocknet wird; die Rakete, ein ebenso bestrichenes ganzes Schilfrohr; die Stoppine, ein mit Pulverbrei beschmierter Wollfaden u. s. w. Alle diese Zündungen werden durch sogenannte Schwefelmännchen entzündet, in geschmolzenen Schwefel getauchte Wolldochte, welche langsam weiter brennen, oder durch einen Zündschwamm, oder auch durch einen in Oel getauchten Wollfaden oder gedrehtes Papier.

Gegenwärtig verwendet man für einzelne Schüsse ganz allgemein die Sicherheits- oder Bickford'sche Zündschnur. Dieselbe besteht aus einer mit Jutegarn umsponnenen Pulverseele, die durch verschiedene Mittel wasserdicht gemacht ist. Da die Pulverseele in einem dünnen, ununterbrochenen Faden innerhalb der Schnur festgewürgt ist, pflanzt sich das Feuer nur langsam fort. Gute Zündschnur hat eine Brenndauer von 90 Secunden pro Meter. Das Pulver für die Zündschnüre wird mit grosser Sorgfalt entweder speciell bereitet, oder man siebt durch die feinsten Körner frei von Staub und verwendet diese.

Die Herstellung solcher Zündschnüre erfolgt auf einer Maschine ähnlich der in der Schnurmacherei üblichen. Der wesentlichste Bestandtheil einer solchen Maschine ist der in Fig. 66 abgebildete Zufuhrtrichter. Eine Ansicht der ganzen Maschine ist in Fig. 67 und 68 (a. f. S.) dargestellt. *a* ist ein Trichter, in welchem sich eine Spule *a'*, mit Baumwollzwirn bewickelt und lose auf dem Dorne sitzend, befindet. Dieser Baumwollzwirn erfüllt den doppelten Zweck, die Oeffnung des Trichters vor dem Verstopfen zu bewahren und zugleich als Fabrikmarke zu dienen, zu welchem Zwecke er von jeder Fabrik in einer anderen Farbe gewählt wird. Die Spitze des Trichters ist in Fig. 66 in $^1/_3$ natürlicher Grösse dargestellt. Sie besitzt einen Hahn zum Abschlusse des Trichters und eine einschraubbare Düse. Die Maschine trägt zwei Spulenscheiben, die Füllspulenscheibe *b* und die Ueberspinnspulenscheibe *e*. Erstere trägt zehn Aufsteckspindeln, welche je eine Spule Jutegarn tragen, letztere sechs Aufsteckspindeln für feines Jutegarn. Die sämmtlichen zehn Fäden der Füllspulenscheibe gelangen in eine Düse *d* mit dem Mundstücke d_2 und durch Drehung vermittelst der Riemenscheibe *c* entsteht ein Schlauch, welcher äusserlich das Aussehen einer zehngängigen linkssteigenden Schraube hat. Zu gleicher Zeit fliesst Pulver aus dem Trichter in den Schlauch. Derselbe geht durch eine zweitheilige Spannkluppe d_3, welche den losen Schlauch zusammendrückt. Von hier wird er durch eine cylindrisch gebohrte Stahlöse *f* hindurchgeführt, welche oben sechs radiale Einschnitte trägt. Durch jeden Einschnitt geht ein Faden von den Spulen der Ueberspinnscheibe hindurch, und indem nun diese Scheibe vermittelst Riemen und Riemenscheibe *g* in entgegengesetzter Richtung zur Füllspulenscheibe gedreht wird, wickeln sich die sechs Fäden um den durchgehenden Schlauch und geben ihm eine Umwickelung in Form einer sechsgängigen, rechts steigenden Schraube. Die Schnur läuft um einen kleinen Conus *h* mehrere Male herum, sodann über eine Leitrolle *h*

auf den Haspel h''. Der Conus wird mittelst Schneckentrieb i und Winkeltrieb k bewegt, der Haspel durch einen Riemen und die Scheiben o mitgenommen. Durch die Anwendung des losen Riemens und des Conus kann der Haspel bei der grössten wie bei der kleinsten Bewickelung nur so viel aufwinden, als vom Conus herunterläuft. Die Schnüre werden auf dem Haspel neben einander gelegt, indem in bekannter Weise eine von der Scheibe i und der Gegenscheibe i_1 angetriebene Achse rechtes und linkes Gewinde durch einander geschnitten hat und die Enden der Gewindegänge in einander übergeführt sind.

Fig. 66.

Eine von der Achse gleitende Hülse mit Arm, welche die Leitrolle h' trägt und durch ein Führungsstängelchen m am Drehen verhindert ist, schiebt ein kurzes Zahnsegment in dem Gewindegange vorwärts oder rückwärts. Hierdurch kann eine ganze Tagesproduction, ungefähr 1600 m, auf den Haspel gewickelt werden.

Die fertige Zündschnur wird durch ein Bad von Theer, dem etwas Holztheer zugesetzt ist, gezogen, welches sie theilweise durchdringt und äusserlich bedeckt. Von der Theerung geht sie durch Walkererde

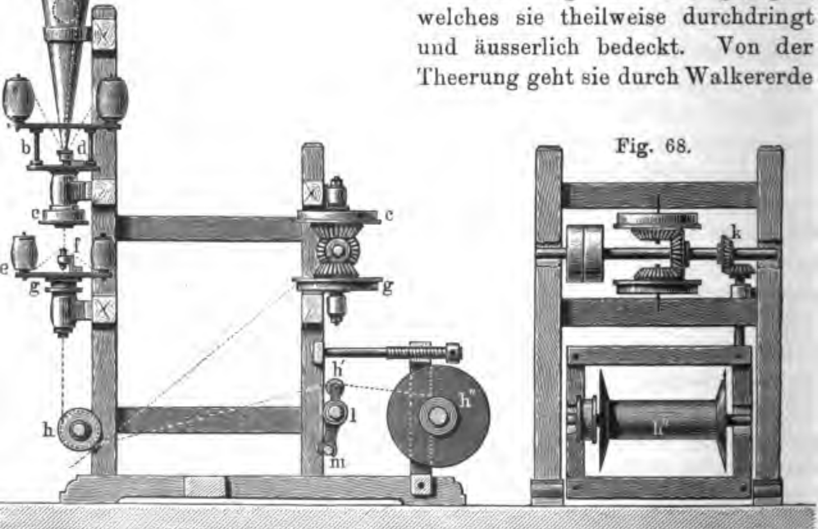


Fig. 67.

Fig. 68.

oder Kaolinpulver und wird sodann auf Trommeln aufgewickelt, deren Durchmesser so gewählt ist, dass der Umfang genau der Länge entspricht, welche ein Zündschnurring besitzen soll. Sobald die Zündschnur auf die Trommel vollständig aufgewickelt ist, wird mit einem scharfen Messer die ganze Länge durchschnitten und die entstandenen einzelnen Längen in Kränze gewickelt, welche, mit Bindfaden abgebunden, die bekannten Zündschnurringe geben. Je 20 solcher Ringe werden zu einem Packet vereinigt. Die Länge eines Ringes beträgt in Deutschland 8 m, in England 25 Fuss.

Die eben beschriebene Theerung und Bestäubung mit Walkererde wird bei den sogenannten einfachen schwarzen Zündschnüren in Anwendung gebracht. Für die vielfachen Verwendungsweisen der Zündschnüre hat man aber verschiedene Gattungen derselben in den Verkehr gebracht. Für gewöhnliche Sprengungen, wo Feuchtigkeit nicht zu befürchten ist, genügen auch sogenannte weisse Zündschnüre, bei welchen der Ueberzug durch einen Brei von Kaolin mit etwas Leimwasser hergestellt wird. Auch hat man rothe Zündschnüre in derselben Weise mit einem Ueberzuge von Boluspulver gemacht. Bei beiden befindet sich der Brei in mit Dampf geheitzten Pfannen und die Schnur geht entweder durch Stahlformen oder durch belastete Backen hindurch über Rollen auf den Haspel, welcher behufs rascher Trocknung mit Dampfheizung versehen ist. Für wasserhaltige Bohrlöcher verwendet man sogenannte doppelte und Bandzündschnüre. Die doppelten Zündschnüre erhalten zuerst einen Theerüberzug und dann nochmals eine Lage von Garn auf einer Spinnmaschine, die Bandzündschnüre statt des Garnes ein Band, wobei die einzelnen Bänder sich gegenseitig überdecken.

Zündschnüre, welche unter Wasser verwendet werden sollen, werden mit Guttapercha überzogen. Zu diesem Zwecke erhält die Zündschnur vorerst durch eine Grundirmasse aus Guttapercha, Pech und Leinöl eine vollständig glatte Oberfläche und hierauf kommt ein Ueberzug von reiner Guttapercha. Der hierzu verwendete Apparat besteht wesentlich aus einer Anzahl weit von einander entfernter Rollen mit dazwischen eingefügten Düsen, in denen sich Guttapercha befindet und durch welche die Schnur hindurchgezogen wird.

Um mehrere Schüsse gleichzeitig zünden zu können, ohne zu elektrischen Apparaten greifen zu müssen, hat Gomez eine schnell brennende Zündschnur angegeben, die in der österreichischen Armee früher eingeführt war. Sie bestand aus vier Wollgarnfäden, die durch einen mit Alkohol angemachten Brei aus gleichen Theilen Bleieisencyanür und chlorsaurem Kali gezogen und sodann übersponnen wurden. Die Schnur war gewöhnlich in ein Bleirohr eingezogen und brannte mit einer Geschwindigkeit von 60 bis 70 m pro Secunde, war jedoch gegen Schlag nicht ungefährlich.

Bickford, Smith und Co. in Tuckingmill erzeugen zum gleichen

Zwecke eine Momentzündschnur, welche statt der Pulverseele einen lose umsponnenen, durch Mehlpulverbrei gezogenen Docht besitzt. Mehrere solcher Schnüre werden in eine gemeinsame Blechhülse gesteckt, welche an ihren Enden eine Pulverscheibe und einen durchlöcherten Holzpflock zum Nachstecken einer Sicherheitszündschnur trägt. Sie brennt mit einer Geschwindigkeit von 150 m pro Secunde.

In der französischen Armee hat man im Jahre 1879 detonirende Schnüre und Röhren (cordeaux détonants, tubes détonants) eingeführt. Dieselben werden durch Einfüllen von aus Hydrocellulose hergestellter Schiessbaumwolle in Bleiröhren und nachheriges Ausziehen dieser Bleiröhren hergestellt. Zu diesem Zwecke nimmt man Bleiröhren von 15,5 mm äusserer und 12 mm lichter Weite, die in Längen von 5 m geschnitten werden. Das Ende dieser Röhre wird mit einem Hammer flach geschlagen und die Röhre selbst vertical aufgehängt. Ein auf einer Plattform stehender Mann schüttet in die Röhre mit Hülfe eines Trichters das vorher getrocknete, leicht rinnende Nitrohydrocellulose-Pulver, während ein zweiter Arbeiter, der auf einer Leiter steht, mit einer mittelharten Kautschukröhre leicht gegen das Rohr schlägt, um die Schiessbaumwolle in dem Rohre zu verdichten. Eine solche Röhre wird mit 200 g Schiessbaumwollpulver geladen, was einer Ladedichte von 0,366 entspricht. Nach erfolgtem Laden wird das andere Ende der Röhre gleichfalls mit dem Hammer flach geschlagen. Die so gegebildeten Enden dienen zum Anfassen beim Ausziehen der Röhre. Sie wird in einem Streckwerke ausgezogen, welches in seiner Wesenheit darin besteht, dass eine Lochscheibe mit verschiedenen, immer kleineren Löchern in einem Schlitten verstellbar befestigt ist und zwei Trommeln auf jeder Seite derselben sich befinden, von denen jede abwechselnd die ausgezogene Schnur aufwickelt und den Zug auf die Lochscheibe ausübt, während die andere die auszuziehende Schnur abrollt. Die Löcher der Lochscheibe gehen vom Durchmesser von 15,5 bis zu 5 mm um je 0,5 mm herab, von da ab nur um 0,2 mm. Die Schnur wird bis auf 4 mm Dicke ausgezogen, sie hat also 26 mal durch die Lochscheibe zu gehen und ihre Länge wird neun- bis zehnmal die der ursprünglichen. Die Dichte der Schiessbaumwolle in der Zündschnur wird dadurch auf 1,10 bis 1,25 gebracht. Die gesammte Zeit des Ausziehens beträgt drei Stunden, die des Ladens 15 bis 30 Minuten. Je wärmer das Schiessbaumwollpulver ist, desto leichter lässt es sich laden. Die fertige Schnur wiegt etwa 88 g pro Meter und jedes Meter enthält 5 g Schiessbaumwolle.

In neuerer Zeit hat man diese Zündschnüre mit Hülfe einer verbesserten Zugmaschine in Röhren aus Zinn herstellen können. Die fertige Schnur wird auf Spulen, ähnlich wie Telegraphendrähte, aufgewickelt und die Enden entweder mit Firniss oder flüssigem Kautschuk abgedichtet. Die Bleiröhren werden mit Hanf umsponnen, ähnlich wie Telegraphenkabel.

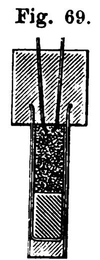


Wird diese Zündschnur angezündet, so brennt sie nur eine kurze Strecke lang und löscht dann aus. Wenn sie dagegen mit einem Zündhütchen zur Detonation gebracht wird, so ist die mittlere Explosionsgeschwindigkeit 4060 m pro Secunde.

Von dem den französischen Cordeaux détonants zu Grunde liegenden Gedanken ausgehend, hat Oberst Philipp Hess des österreichisch-ungarischen Militärcomités eine detonirende Zündschnur aus Knallquecksilber angegeben. Bei derselben wird ein Baumwollfaden durch einen Knallquecksilberbrei geführt und sodann umsponnen, ähnlich wie dies bei der Bickford'schen schnell brennenden Zündschnur der Fall ist. Diese Zündschnur wurde seitdem in die österreichisch-ungarische und holländische Genietruppe eingeführt und wird gleichfalls durch ein Zündhütchen zur Explosion gebracht. Ihre Explosionsgeschwindigkeit beträgt 5000 m in der Secunde.

Die gleichzeitige Zündung von Bohrlochladungen auf elektrischem Wege geschieht durch besondere elektrische Zünder, welche sämmtlich in einen Stromkreis eingeschaltet und mit einer Zündmaschine verbunden sind, von welcher es verschiedene Systeme: Reibungs-, galvanische und magneto-elektrische Apparate giebt. Die reibungs-elektrischen Zünder sind Knallquecksilberzündhütchen, die mit einer Zündmischung aus Schwefelantimon und chlorsaurem Kali vollgefüllt sind, in die ein gespaltener Messingdraht eintaucht (Fig. 69). Der Draht wird am Kopfe des Zündhütchens durch einen Ueberguss aus Schwefel- und Glaspulver gehalten. Galvano-elektrische Zündhütchen haben eine sogenannte Brücke aus feinem Platindrahte, welche die beiden Leitungsdrähte verbindet, und durch den Strom glühend wird. Für Pulverladungen werden statt der Zündhütchen Hülsen aus Kupfer oder verzinntem Bleche ohne Knallquecksilberfüllung genommen. General Lauer verwendet statt der elektrischen Zündung für Schlagwettergruben eine nach ihm benannte Reibungszündung, die im Wesentlichen aus einer Papierhülse besteht, in welche ein Zündhütchen und eine mit dem üblichen Zündsatze gefüllte Metallhülse eingelassen sind. In letztere reicht ein durch ein Holzstück geführter Reibungsdraht. Verbindet man die vorstehenden Ringe mehrerer solcher Reibungsdrähte durch Schnüre und leitet eine Hauptschnur über Rollen nach einem sicheren Orte, so kann man durch Ziehen an der Hauptschnur sämmtliche Ladungen gleichzeitig abfeuern. Aehnlich wirkt die in Oesterreich sehr beliebte Zündung von F. J. Tirmann, jedoch hat dieselbe statt der Reibungsdrähte einen kleinen durch eine Feder gespannten Bolzen, welcher das Knallquecksilberzündhütchen durch Schlag zur Entzündung bringt.

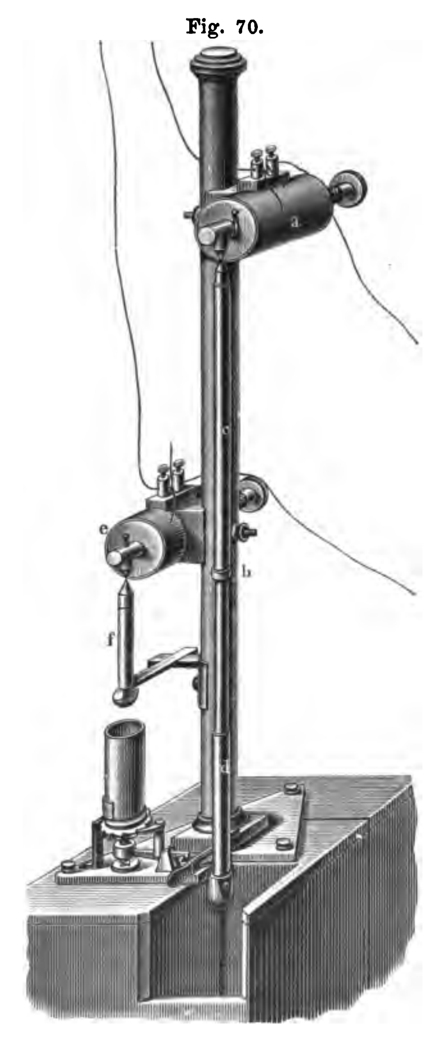
Fig. 69.



Prüfungsapparate für Explosivstoffe.

Man hat bei Prüfungsapparaten für Explosivstoffe zu unterscheiden zwischen solchen für Schiessmittel und solchen für Sprengmittel. Bei den Apparaten für Schiessmittel hat man wieder solche für die Messung der Geschossgeschwindigkeiten, solche zur Messung der bei der Explosion entstehenden Gasdrücke und solche für die Messung des Rückschlages. Bei Sprengstoffen wird man hauptsächlich die entwickelte Kraft messen und in neuerer Zeit kommen hinzu Apparate zur Bestimmung, ob ein Explosivstoff Schlagwetter zündet.

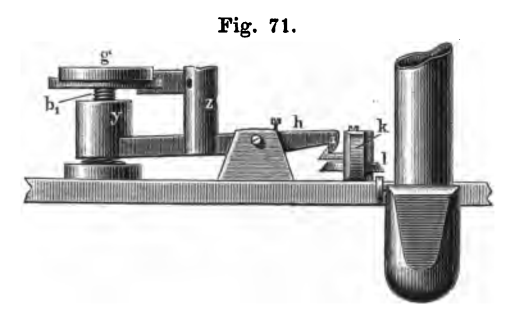
Fig. 70.



a) Geschwindigkeitsmesser. Heutzutage wird ganz allgemein der elektro-ballistische Chronograph von Le Boulengé zur Messung der Geschwindigkeit von Geschossen verwendet. Derselbe ist in Fig. 70 abgebildet. Es wird die Zeit, welche das Geschoss zum Durchfliegen einer bestimmten Strecke gebraucht, an dem Wege gemessen, den in derselben Zeit ein freifallender Körper zurücklegt. Das Geschoss durchfliegt zu diesem Zwecke zwei hinter einander in bestimmter Entfernung geschaltete Gitter, und indem es nach einander je einen Draht zerreisst, unterbricht es einen elektrischen Stromkreis. An der den Chronographen tragenden Säule *b* sind zwei Elektromagneten *a* und *e* befestigt. *a* trägt einen Chronometerstab *c*, auf welchen Zink- oder Kupferhülsen *d* aufgeschoben sind. Der Elektromagnet *e* trägt einen ähnlichen Cylinder, das sogenannte Gewicht *f*. Auf der Grundplatte des Apparates ist der in Fig. 71 abgebildete Drücker befestigt. Dieser besteht aus einem drehbaren, zweiarmigen Hebel *h*, welcher auf der einen Seite in eine Nase *i* und auf der anderen Seite in einen hohlen Cylinder *y* endet und einen

verticalen Arm z trägt, von dem aus eine Spannfeder in einen am Rande gezahnten Teller g eingreift. Dieser ist durch eine kleine Schraube b_1 mit dem Hohlcylinder y verbunden. Die Nase ist durch eine Druckfeder k von einer Gegennase festgehalten und eine scharf gehärtete Stahlscheibe l ist mit dem Drücker axial verbunden. Sobald das Geschoss den Draht im ersten Gitterrahmen zerreisst, wird der erste Strom unterbrochen, der Elektromagnet a verliert seinen Magnetismus und der Chronometerstab fällt herab. Wird der zweite Draht zerrissen, so verliert der Elektromagnet e seinen Magnetismus, das Gewicht f fällt auf den Teller, schlägt den Hebelarm nieder und macht dadurch die Feder k frei.

Fig. 71.



Diese schnellt nun nach der Seite und schlägt in die Zinkhülse des eben herabfallenden Chronometerstabes eine Marke ein. Aus der Entfernung des Punktes an der Zinkhülse, welche im Ruhestande sich dem Messer gegenüber befand und der bei dem Abschiessen eingeschlagenen Marke kann man die Geschwindigkeit des Geschosses durch Rechnung ermitteln.

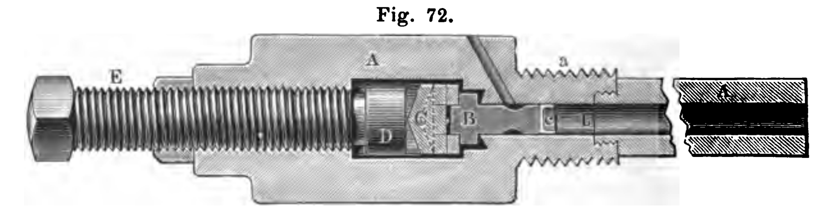
Manchmal wird noch der Chronograph von Noble verwendet. Bei demselben wird die Geschossgeschwindigkeit innerhalb des Rohres gemessen. Es wird nämlich eine geschwärzte Metallscheibe mit einem durch ein Gewicht bewegten Räderwerke in rasche Umdrehung versetzt und mit einem Secundärdrahte eines Inductionsapparates verbunden, während der andere Draht zu einem der Scheibe ganz nahe stehenden Entlader geführt ist. Im Geschützrohre sind in verschiedenen Abständen Cylinder eingeschraubt, welche da, wo sie in die Geschützseele hineinragen, eine Charnierklappe haben. Indem das Geschoss das Rohr verlässt, drückt es die Klappen der Reihe nach nieder, und hierdurch zerschneidet die Klappe einen in entsprechender Weise eingeführten Draht, was die Unterbrechung des Stromkreises und die Entstehung eines Inductionsstromes bewirkt. Dieser erzeugt einen Funken auf dem Entlader, und die Schwärzung auf der Metalltrommel wird weggebrannt. Indem man diese Marken der Reihe noch abmisst, lässt sich dann die Geschossgeschwindigkeit berechnen.

Marcel Deprez verdanken wir eine Anzahl von höchst sinnreichen Apparaten zur Messung der Wirkungsweise von Explosivstoffen. Er hat den schon im Jahre 1864 von Capitän Schultz angegebenen Chronographen zu einem sehr vollkommenen Instrumente ausgebildet. Im Wesentlichen besteht derselbe aus einem dem Noble'schen Apparate ähnlich bewegten und geschwärzten Cylinder, auf

welchen von der im Stromkreise eines Ruhmkorff-Apparates eingeschalteten Platinspitze eine Reihe von Funken überspringen, die auf der berussten Fläche sichtbare Spuren hinterlassen. Zu gleicher Zeit verzeichnet eine elektrisch bewegte Stimmgabel eine Sinuscurve auf der Trommel, und hierdurch wird die Zeit zwischen dem Ueberschlagen eines Funkens von dem anderen gemessen. Deprez hat die Stimmgabeln so eingerichtet, dass sie automatisch in Schwingung versetzt werden, sobald der Strom unterbrochen wird. An Stelle der Registrirung durch Inductionsfunken benutzt Deprez eine Schreibfeder, die an der berussten Fläche des Cylinders entlang schleift, jedoch im Augenblicke der Stromunterbrechung ein wenig nach der Seite gerückt wird, wodurch in der Schleifspur der Feder eine Abweichung entsteht. Mit Hülfe dieses Apparates hat Deprez die Zeit zwischen der Stromunterbrechung und dem Wirken der Schreibfeder auf $^1/_{8000}$ Sec. herabgesetzt.

b) Gasdruckapparate. Major Rodman (Vereinigte Staaten) hat im Jahre 1857 einen Schnittapparat angegeben, der in Fig. 72 abgebildet ist und noch hier und da Verwendung findet.

Fig. 72.



Durch den mit einem äusseren Gewinde *a* versehenen Theil des Apparates ist ein Loch *b*, etwa 8,7 mm im Durchmesser, gebohrt, in welchem ein Kolben *B* verschiebbar ist. Dieser ist am Ende mit einem Stahlmeissel *C* von genau bestimmter Härte versehen, welchem gegenüber sich eine durch eine Schraube *E* adjustirbare Kupferplatte *D* befindet. Die Schneide des Meissels ist nicht parallel mit der Kupferplatte, sondern schräg abgestumpft.

Um den Apparat anzuwenden, wird durch die Geschützwandung ein Loch von demselben Durchmesser wie bei *b* gebohrt, dasselbe aussen erweitert und mit einem Gewinde entsprechend der Schraube *a* versehen. Der Apparat wird sodann eingeschraubt und die Kupferplatte *D* so gestellt, dass sie von dem Stahlmeissel *C* gerade berührt wird. Bei der Entzündung des Pulvers wirken die Gase auf den Kolben *B*, treiben denselben vorwärts und drücken den Stahlmeissel *C* mehr oder weniger tief in die Kupferplatte *D* hinein. In Folge der Construction des Meissels wird in der Kupferplatte je nach dem ausgeübten Drucke ein mehr oder weniger langer Schnitt erzeugt. Diese Schnittlänge wird nun verglichen mit einer Scala von Schnittlängen, welche man mit einem Meissel von gleicher Form und Härte auf einer Kupferplatte mit Hülfe einer hydraulischen Presse hervorgebracht hat. Rodman hat

eine solche Tabelle veröffentlicht, worin für eine von ihm genau angegebene Form des Meissels die Schnittlängen entsprechend Drücken von 45 bis 2200 kg angegeben werden. Die kleinste Schnittlänge ist 3 mm, die längste 28 mm.

Sébert hat gegen diesen Apparat einige Einwendungen erhoben, welche hauptsächlich darauf beruhen, dass durch den Gasdruck der Stahlmeissel allmälig, wenn auch nur um wenige Millimeter, verschoben wird, was einen Einfluss auf die erhaltenen Resultate ausübt. Viel mehr aber wäre wohl die Zeit in Rechnung zu bringen, innerhalb welcher die Explosion stattfindet. Dieselbe hängt wesentlich von der Grösse und Form des Pulverkornes, sowie von dessen Entzündlichkeit ab; sie wird aber jedenfalls auf den Schnitt einen ganz bedeutenden Einfluss ausüben, denn je schneller der Meissel in die Kupferplatte eindringt, um so grösseren Widerstand setzt diese ihm entgegen, weil die von dem Meissel getroffenen Theilchen der Kupferplatte dem Stosse nicht schnell genug ausweichen können, während ein ganz anderes Verhalten eintritt, wenn, wie bei der hydraulischen Presse, der Meissel viel langsamer und allmälig in die Platte gedrückt wird. Der Rodman'sche Apparat kann deshalb nicht die jedesmal höchste Spannung, sondern vielmehr nur die Summe aller Spannungen ausdrücken.

Fig. 73. Fig. 74.

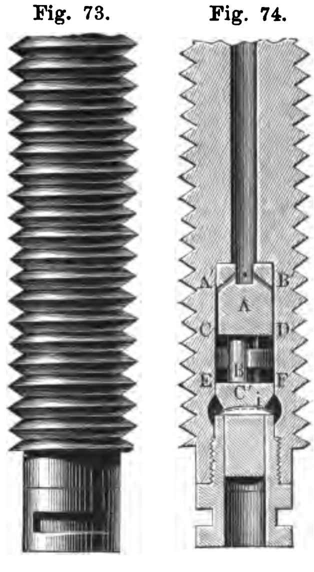


Fig. 75. Fig. 76.





Allgemeiner in Verwendung ist heutzutage der Noble'sche Stauchapparat (Crusher Gauge). Derselbe (Fig. 73 bis 76) besteht aus einer stählernen Hohlschraube, deren untere Oeffnung mit einem beweglichen Schraubenverschlusse versehen ist, so dass man in die Kammer C, D, E, F nach Bedarf kleine Cylinder B von Kupfer einsetzen kann. Die obere Fläche dieser Cylinder liegt auf dem Amboss A auf, während auf die untere der durch die Feder i gegen den Cylinder angedrückte, aber sonst bewegliche Kolben C' wirkt. Eine kleine Uhrfeder (Fig. 75) bewirkt die Centrirung des Cylinders in der Kammer. Der Kopf des Kolbens ist geriefelt (Fig. 76), ebenso der Amboss. Vier lange Durchbohrungen bei A', B' stehen mit einem weiten Canale in Verbindung, welcher den oberen Theil der Schraube in axialer Richtung durchsetzt. Das untere Ende des Kolbens C' ist mit einer hermetischen Abdichtung versehen.

Beim Gebrauche wird der Apparat in die Wandung des Rohres eingeschraubt und der Cylinder *B* eingesetzt. Sobald der Schuss abgefeuert ist, drücken die Gase auf die untere Fläche des Kolbens und quetschen den Cylinder gegen den Amboss. Der Grad dieses Zusammenquetschens bildet den Maassstab für die Spannung der Gase. Bei dem gezogenen achtzölligen Vorderlader stellte sich eine Grundfläche der Kupfercylinder von $1/2$ Quadratzoll und eine Druckfläche des Kolbens von $1/6$ Quadratzoll engl. am vortheilhaftesten heraus. Zur Beurtheilung des stattgefundenen Druckes werden ähnliche Kupfercylinder einer Reihe von Versuchen unterworfen, wobei man die Cylinder mit einer Quetschmaschine verschiedenfach zusammenpresst und aus diesen Resultaten eine Tabelle entwirft.

Das Stauchen der Kupfercylinder wird entweder durch gewöhnliche Mikrometerschrauben oder durch einen von A. und R. Hahn in Cassel hergestellten Apparat gemessen, welcher letztere das Messen bis auf 0,01 mm gestattet. Es wird nämlich der Kupfercylinder zwischen zwei Greifcylinder eingespannt, von denen der eine mit einem federnden Zeiger, der andere mit einer feingestellten Mikrometerschraube in Verbindung steht. Diese trägt eine grosse Trommel, in welche eine spiralförmige Nuthe eingefräst ist, und diese Nuthe ist mit einer genauen Gradtheilung versehen. Durch das Drehen der Trommel verschiebt man nun den Zeiger des federnden Halters, bis er genau auf 0 einspielt und liest sodann die Höhe durch einen auf der Nuthe in der Trommel schleifenden Zeiger ab.

Aehnliche Apparate sind vielfach in verschiedenen Constructionen in Verwendung; sie alle beruhen jedoch darauf, dass entweder ein Bleicylinder oder ein grösserer oder kleinerer Kupfercylinder gestaucht wird.

Die Stauchungshöhen stehen durchaus nicht im Einklange mit der Oberfläche des Cylinders; sie hängen ganz bedeutend von dem Materiale selbst, von der Reibung der Stempel, und von bisher noch unaufgeklärten Umständen ab.

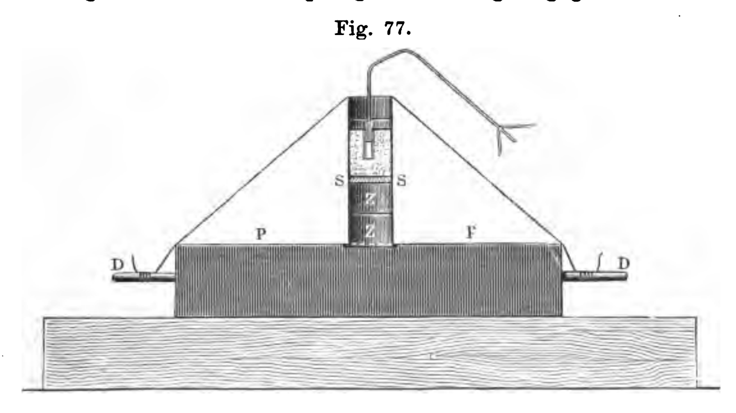
Ausser den vorgenannten Apparaten giebt es noch eine Anzahl solcher, welche insbesondere bei Jagdgewehren zur Messung der Durchschlagskraft dienen. Die Wirkung derselben ist entweder die, dass man auf eine Scheibe schiesst, die rückwärts mit einem zweiarmigen Hebel in Verbindung ist, welcher einen Zeiger zum Ausschlagen bringt. Dieser Zeiger spielt auf einem eingetheilten Kreisbogen, der mit einer Mischung aus Russ und Fett bestrichen ist, so dass ein kleiner Stift am Zeiger den Ausschlag selbstthätig verzeichnet. In anderer Weise wird die Durchschlagskraft, bei Schrotgewehren insbesondere, so gegemessen, dass man eine Anzahl von Papierblättern zu einem Hefte zusammennäht und dieses auf die Scheibe aufhängt. Jenes Papierblatt, welches durch nicht mehr als zwei Schrotkörner durchschlagen ist, wird als die Grenze für die Leistung angesehen. Ein rationellerer

und weniger von dem Materiale abhängender Apparat ist der in der Berliner Versuchsanstalt befindliche, bei welchem die Ladung in einen langen, mit Wasser gefüllten Canal geschossen wird. Am Boden ist derselbe in eine Anzahl von Abtheilungen eingtheilt, und je nach ihrer Durchschlagskraft fliegen die einzelnen Schrotkörner im Wasser vorwärts, um dann, am Ende ihrer Bewegung angelangt, in eine der Abtheilungen zu fallen. Indem die in die einzelnen Abtheilungen gefallenen Schrotkörner gezählt werden, erhält man ein Bild über die Leistung des Pulvers.

Um die durch ein Pulver verursachte Streuung der Schrotkörner zu beurtheilen, hat man meist eine Scheibe mit einem eingezeichneten Kreise und zählt die Schrotkörner, welche innerhalb und ausserhalb des Kreises fallen. Häufig ist der Kreis selbst weiter eingetheilt, in der Berliner Versuchsanstalt so, dass 100 Theile von gleich grosser Oberfläche sich ergeben.

c) Kraftmesser. In der österreichischen und in anderen Armeen ist es vorgeschrieben, dass Sprengmittelladungen gegen einen Balken

Fig. 77.



aus weichem Holze geprüft werden. Derselbe wird gewöhnlich so gewählt, dass die Normalladung des Normalsprengstoffes ihn gerade durchschlägt, wodurch es möglich wird, eine grössere oder geringere Kraft des Sprengstoffes zu beobachten. Solche Balken werden in einiger Höhe über dem Erdboden freitragend angeordnet. Für Ecrasit ist gegenwärtig in Oesterreich normirt, dass ein Balken aus weichem Holze von 22×30 cm Querschnitt und 1,5 m Länge, 80 cm über dem Erdboden, auf die hohe Kante auf einen Meter frei liegend angeordnet werde. Die Ladung von 1 kg wird quer über die Mitte des freiliegenden Theiles so aufgelegt, dass noch etwa 1 cm des Holzes unbedeckt ist. Mit einem Zündhütchen von 2 g Füllung muss 1 kg Ecrasit den Balken sicher durchschlagen.

Ein anderer in Oesterreich zur Prüfung von insbesondere kleineren Mengen dienender Stauchapparat ist in Fig. 77 abgebildet. Er be-

ruht auf der Deformirung zweier Bleicylinder durch eine freiliegend zur Detonation gebrachte Ladung. Auf der gusseisernen Unterlage *P* befindet sich eine kleine concentrische Vertiefung, in welche zwei Bleicylinder *Z* von je 40 mm Durchmesser und 30 mm Höhe über einander gesetzt werden. Auf diese kommen eine oder zwei Stahlplatten *S* von 4,5 mm Dicke und auf diese die Ladung von 50 g, die in eine cylindrische Weissblechbüchse mit Deckel von 41 mm äusserem Durchmesser, 30,5 mm Höhe und 0,5 mm Blechstärke laborirt ist. Die Anordnung von zwei Bleicylindern hat den Zweck, dem oberen derselben, welcher die eigentliche Sprengwirkung aufzunehmen berufen ist, eine weichere Unterlage zu geben und ihn vor zu weit gehenden Stauchungen zu schützen. Die Stauchung des oberen Cylinders beträgt gewöhnlich zwischen 24 und 27 mm, die des unteren 11 bis 11,1 mm für Ecrasit. Für Wetterdynamite wird der obere Cylinder um etwa 12 mm, der untere um 4,5 mm deformirt.

In Privatfabriken bedient man sich häufig eines Mörsers, in welchem ein cylindrisches Stahlgeschoss von etwa 15 kg Gewicht durch eine Ladung von 20 g herausgeschossen wird, und die von dem Explosivstoffe entwickelte Kraft wird nach der Wurfweite berechnet.

Eine Combination des Mörsers mit der Stauchprobe bildet der Apparat von Quinan in San Francisco, in welchem ein oben ausgehöhlter Stahlstempel auf einem Bleicylinder aufruht. Die in die Höhlung gegebene Ladung schiesst ein cylindrisches Geschoss auf eine der Brisanz entsprechende Entfernung, während der Stempel den Bleicylinder staucht und daraus die Kraft gemessen wird.

Ein vom Verfasser construirter Apparat zur Prüfung der von dem Explosivstoffe entwickelten Totalenergie ist in Fig. 78 abgebildet. Derselbe besteht aus dem Mittelstücke *a* und den aufgeschraubten Kopfstücken *bb*, sämmtlich aus gehärtetem Bessemerstahle. Mittelstück und Kopfstücke sind auf 35 mm Weite ausgebohrt, die Bohrung der letzteren setzt sich auf 35 mm Tiefe conisch fort und endigt in einen 10 mm weiten, cylindrischen Canal. In die Mitte des Mittelstückes ist auf 25 mm Tiefe der Zündpfropfen *g* eingesetzt und in die zwischen dem Zündpfropfen und der Bohrung des Mittelstückes verbleibende Wand eine Pyramide *h* eingeschraubt. Der untere Theil des Pfropfens ist ausgehöhlt und der Hohlraum setzt sich in einer 6 mm weiten Bohrung fort; in diesem Hohlraume spielt ein Ventil *i*, auf das durch einen Hahn *m* ein Schlag geführt werden kann. Der Apparat wird geladen, indem man das Mittelstück mit einem Kopfstücke zusammenschraubt und in die Bohrung der Reihe nach Folgendes einführt: 1) Einen Cylinder aus gezogenem Blei von 35 mm Durchmesser und 40 mm Höhe; 2) eine Stahlscheibe von 35 mm Durchmesser und wechselnder Dicke, je nach dem Volum-Gewichte des Pulvers (zur Bestimmung desselben dient ein besonders graduirtes Messgefäss); 3) eine Scheibe aus 1 mm dickem Pressspane (Satinirpappe), welche dicht schliessen muss; 4) genau 20 g

des zu untersuchenden Pulvers; 5) eine Pressspanscheibe; 6) eine Stahlscheibe; 7) ein Bleicylinder. Hierauf schraubt man das zweite Kopfstück und damit den ganzen Apparat fest zu; dieser ist aussen sechskantig geformt (Fig. 79), so dass er mit grossen Mutterschlüsseln gefasst werden kann. Nun setzt man auf die Pyramide ein gewöhnliches Gewehrzündhütchen, schraubt den Zündpfropfen mit dem Ventile ein und

Fig. 78.

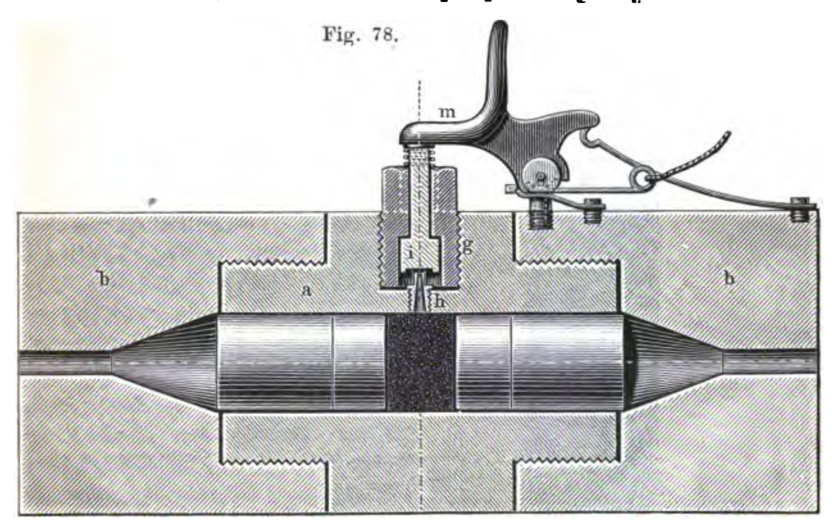
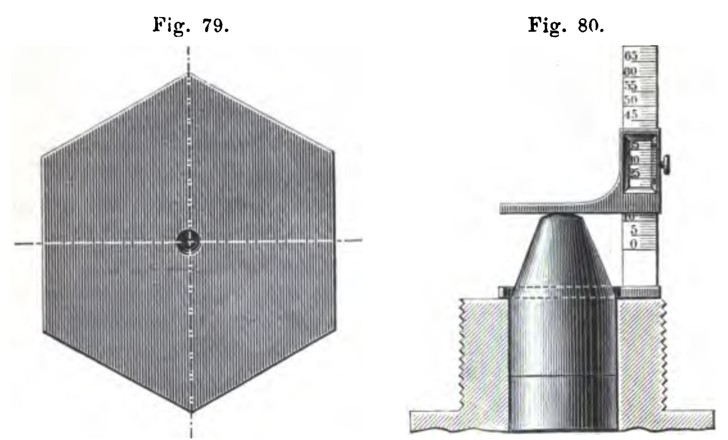


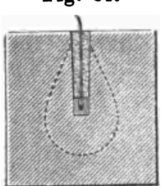
Fig. 79. Fig. 80.



zieht den gespannten Hahn mit einer Schnur ab. Durch die Explosion wird das Ventil gehoben und schliesst selbstthätig den Ausweg für die Gase; es erfolgt also die Explosion in vollständig geschlossenem Raume und man hört deshalb keinen Knall. Zu gleicher Zeit werden die Bleicylinder in die conischen Hohlräume eingedrückt. Man kann den Apparat meist sofort öffnen, da der entstandene Druck zur Verdichtung

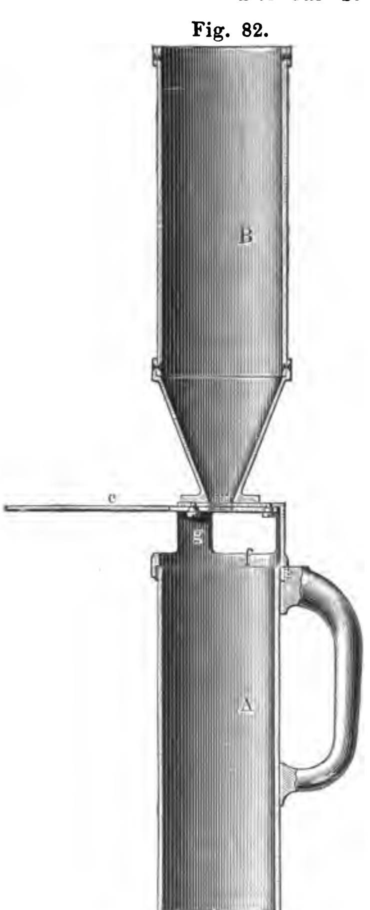
und Umwandlung der Explosionsgase vollständig verbraucht ist, und die Höhe der zwei Bleiconusse mit Hülfe einer Schubleere messen (Fig. 80 a. v. S.). Dieses Maass vergleicht man dann mit den Ergebnissen eines Normalsprengstoffes, gewöhnlich Schwarzpulver. Man wird minder genaue Resultate erhalten, wenn man den entstandenen Hohlraum misst, weil man das ursprüngliche Volumen des Pulvers abziehen muss, dieses aber nach dem Zusammenschrauben des Apparates unbekannt ist.

Fig. 81.



Der für brisante Stoffe gegenwärtig am meisten beliebte, weil verhältnissmässig am raschesten arbeitende Apparat ist die Trauzl'sche Bleiprobe. Sie wurde von Isidor Trauzl auf Grund der von Hauptmann Dr. Beckerhinn gemachten Versuche über die Ausbreitung der Explosionswirkung in verschiedenen Medien construirt. Man macht in einer entsprechenden Gussform einen Bleicylinder von 200 mm Durchmesser und eben solcher Höhe (Fig. 81), welcher eine Bohrung von 20 mm Durchmesser und 110 mm Tiefe hat. In diese bringt man 20 g des zu prüfenden Explosivstoffes, mit Zündhütchen und Zündschnur adjustirt, füllt den übrig gebliebenen Hohlraum mit trockenem Sande und feuert ab. Es entsteht ein flaschenförmiger Hohlraum, welcher durch Eingiessen von Wasser aus einem graduirten Gefässe gemessen wird.

Fig. 82.



d) Dichtigkeitsmesser. Zur Bestimmung des specifischen Gewichtes eines Explosivstoffes werden sogenannte Dichtigkeitsmesser verwendet. Die gebräuchlichsten sind die folgenden: Zur Bestimmung des Raumgewichtes von kornförmigen Pulvern das Litermaass (Fig. 82). Es besteht aus einem aus Messing oder Kupfer hergestellten eigentlichen Litermaasse A von 77 mm lichter Weite und 215,3 mm lichter Höhe, welches mit einem Henkel versehen ist und genau ein Liter hält. Auf

dieses wird ein Trichter *B* gesetzt, dessen cylindrischer Theil 77 mm lichte Weite und 205 mm Höhe hat. Der conische Theil hat eine Höhe von 80 mm, eine obere Basis von 77 mm und eine untere Basis von 14 mm Durchmesser, welche letztere zugleich der Durchmesser der Ausflussöffnung ist.

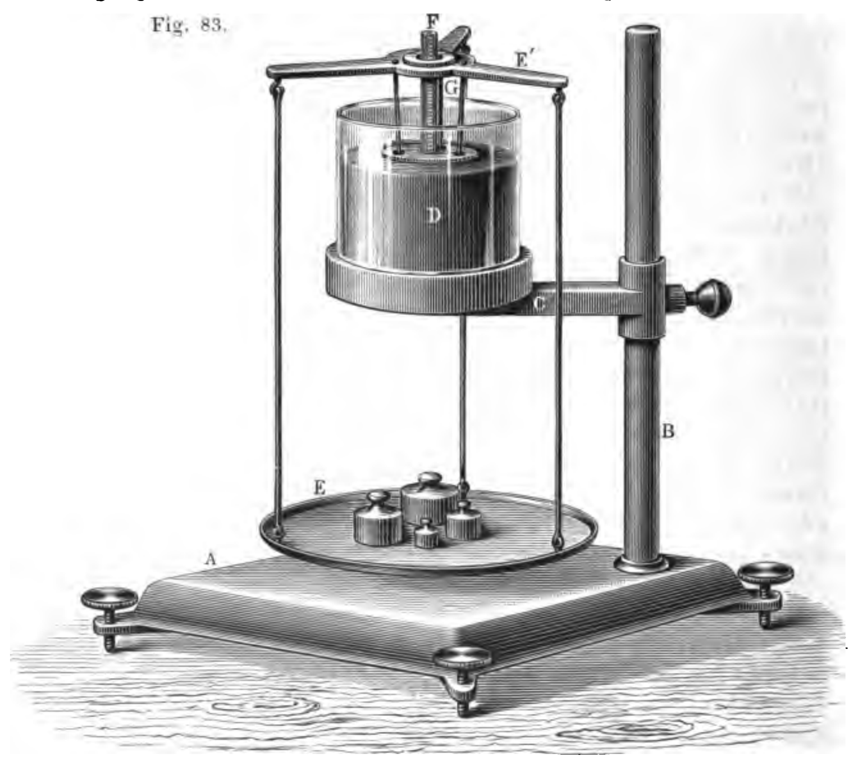
Dieser Trichter wird auf einem besonderen Aufsatze befestigt, welcher aus einer gelochten Platte mit drei eingesetzten Füssen *g* besteht, die an einen Ring *f* angenietet sind. Der Ring wird auf das Litergefäss aufgesetzt und hat zu diesem Zwecke einen dem Henkel entsprechenden Schlitz. Der Aufsatz besitzt ferner einen um einen Zapfen drehbaren Schieber *c*, welcher an der einen Seite eine 14 mm im Durchmesser weite Oeffnung besitzt. Die Entfernung zwischen der Auslassöffnung und der oberen Kante des Litermaasses beträgt genau 40 mm.

Zur Bestimmung des cubischen Gewichtes wird zunächst das leere Litermaass genau abgewogen, dann auf einer horizontalen Unterlage das Pulver in den vorher geschlossenen Trichter eingefüllt. Man öffnet nun den Schieber vorsichtig und lässt das Pulver langsam in das Litermaass einlaufen, bis die Körner über den Rand des Ringes zu laufen beginnen. Sodann schliesst man den Schieber, hebt den Trichter vorsichtig ab und streicht das Pulver mit einem messingenen Streichmaasse (Lineal) langsam ab. Durch einige leichte Schläge an das Litergefäss lässt man das Pulver ein wenig sich setzen, entfernt mit einer weichen Bürste die an dem Rande haftenden Körner und wägt das so gefüllte Litergefäss. Der Unterschied zwischen den beiden Gewichtsbestimmungen ergiebt das Gewicht des in einem Liter enthaltenen Pulvers. Man macht gewöhnlich drei Bestimmungen und nimmt den Durchschnitt.

Zur Bestimmung des relativen specifischen Gewichtes, insbesondere von prismatischen Körpern, wie prismatischem Pulver und gepresster Schiessbaumwolle, benutzt man die Bode'sche Quecksilberwaage (Fig. 83 a. f. S.). Sie besteht aus einem Gestelle *A*, mit Tragsäule *B* und einem verschiebbaren Querarme *C*, auf dessen schalenartiger Fortsetzung ein dickwandiges Glas *D* steht, in das ein Wagschalengerüst *c* eintaucht. Das Glas, welches oben abgeschliffen ist, besitzt ziemlich dicke Wände, um den Druck des Quecksilbers, welches bei Ausführung der Methode in das Glas hinein gegossen wird, bequem aushalten zu können. Das Wagschalengerüst ist aus Stahl angefertigt, die drei Säulen desselben sind oben durch ein dreiarmiges, horizontal liegendes Verbindungsstück *E'* mit einander verbunden, das in der Mitte eine durchlöcherte Nabe hat. An dieser Nabe sind drei Stahlnadeln *G* fest eingeschraubt. Eine Scheibe ist mit drei Löchern versehen, durch welche die Stahlnadeln hindurchgehen können, und sie trägt oben einen eingetheilten Maassstab *F*, welcher durch das Loch der Nabe hindurchgehen kann und an dem oberen Rande derselben ein Ablesen der Höhe gestattet. Unten trägt die Scheibe eine Stahlnadel. Das Gewicht der Scheibe ist so bemessen,

dass sie auf dem Quecksilber eben schwimmt. Der Apparat wird auf einen feststehenden Tisch mit Hülfe der Stellschrauben vollkommen horizontal gestellt und das Glas mit Quecksilber gefüllt, welches staubfrei und chemisch rein ist. Das specifische Gewicht des Quecksilbers wird entweder in der allgemein üblichen Weise bestimmt, oder man verwendet dazu eine Stahlkapsel von 217 g Gewicht, deren specifisches Gewicht bei 13,75° 7,6552 beträgt. Nachdem man die Temperatur im Bewegungsraume beobachtet hat, wird die Stahlkapsel auf das Queck-

Fig. 83.



silber gelegt und sodann das gewogene Wagschalengerüst aufgesetzt. Man belastet nun die Wagschale mit Gewichten, bis die Stahlkapsel so weit unter das Quecksilber gedrückt ist, dass die mittlere Nadel gerade den Quecksilberrand berührt. Bezeichnet man das Gewicht der Kapsel mit S und deren specifisches Gewicht mit p, das Gewicht des Wagschalengerüstes mit W, die aufgelegten Gewichte mit G und das Gewicht der verdrängten Quecksilbermenge mit Q, so ist

$$Q = G + W + S,$$

das Volumen der Stahlkapsel V:

$$V = \frac{S}{p},$$

und sonach das specifische Gewicht des Quecksilbers P:

$$P = \frac{Q}{V} = \frac{(G + W + S)\,p}{S}.$$

Hat man das specifische Gewicht des Quecksilbers ermittelt, so wird das prismatische Pulverkorn, nachdem man dasselbe von dem ihm etwa anhaftenden Pulverstaube mittelst eines Pinsels befreit hat, auf einer gut ziehenden Wage gewogen und sodann auf das Quecksilber gelegt. Man setzt nun das Wagschalengerüst in der Art auf, dass die drei Wagschalensäulen weder die Glaswände noch den Ring des Gestelles berühren, und trägt dafür Sorge, dass das Pulverkorn sich nicht an den inneren Wänden des Glases reibt. Man belastet darauf die Wagschale mit so vielen Gewichten, dass alle vier Nadeln in das Quecksilber tauchen und nimmt sodann so viel der Gewichte von der Wagschale wieder herunter, bis die mittlere Nadel mit ihrer Spitze gerade die Oberfläche des Quecksilbers berührt.

Dass das dreiarmige Verbindungsstück horizontal stehen muss, versteht sich von selbst. Man kann diese Lage sehr leicht durch Rücken der Gewichte auf der Wagschale herbeiführen.

Ist schwimmendes Gleichgewicht eingetreten, so hat man alle Factoren zur Berechnung des specifischen Gewichtes des Pulverkornes. Bezeichnet man nämlich das specifische Gewicht des Quecksilbers bei der beobachteten Temperatur mit P, das absolute Gewicht des Pulverkornes mit S, das Gewicht des Wagschalengerüstes mit W und die auf die Wagschale gelegten Gewichte mit G, so ist das Gewicht der verdrängten Quecksilbermasse Q:

$$Q = G + W + S,$$

das Gewicht der gleich grossen Wassermenge M:

$$M = \frac{Q}{P},$$

und das specifische Gewicht des Pulverkornes Z:

$$Z = \frac{S}{M} = \frac{S}{\dfrac{G + W + S}{P}} = \frac{S \,.\, P}{G + W + S}.$$

Das absolute specifische Gewicht bestimmt man jetzt gewöhnlich mit dem Dichtigkeitsmesser von Bianchi, und ein solcher ist in Fig. 84 (a. f. S.) nach einer Construction von A. und R. Hahn in Cassel abgebildet. Der eigentliche Dichtigkeitsmesser besteht aus einem kleinen, auf vier Rädern ruhenden Wagen A mit aufgeschraubten Lagerböcken a, in welchen das eigentliche, eiförmig gestaltete Messgefäss B mit Hülfe von angegossenen Zapfen drehbar ruht. Das obere Ende des Messgefässes trägt einen Stutzen, auf welchem ein Hahn b befestigt ist. In den Hahn ist das Manometerrohr c eingeschraubt; sein oberes Ende hat ein Schraubengewinde, an welchem ein Kautschukschlauch d befestigt wird. Dieser

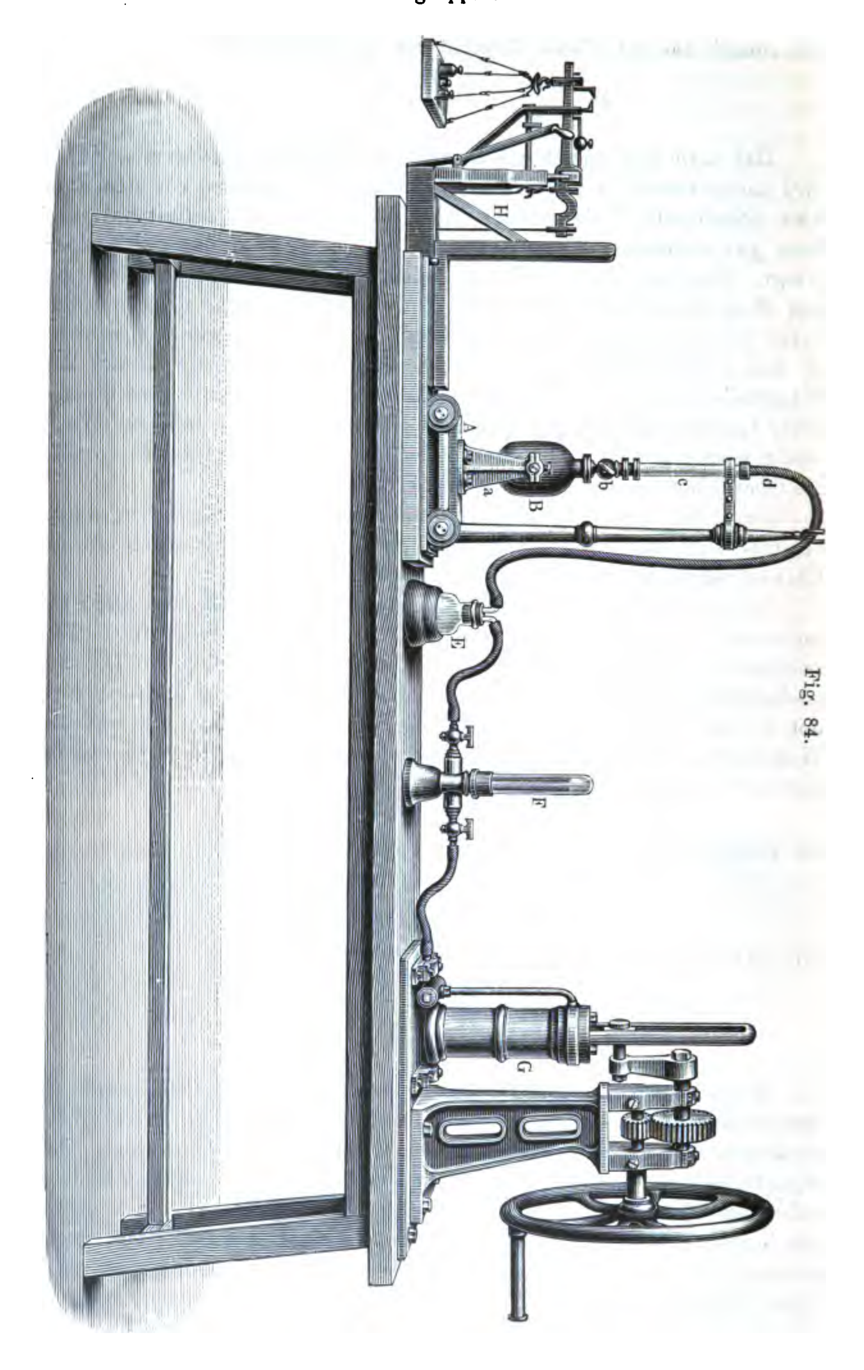


Fig. 84.

geht mit Hülfe einer aufgesteckten kleinen Glasröhre durch einen durchbohrten Stopfen in ein kleines Glasgefäss E, und von einem zweiten Loche in diesem Stopfen führt ein anderer Kautschukschlauch zu einem Vacuummanometer F, dessen anderes Ende mit einer Luftpumpe G in Verbindung ist. Das Messgefäss kann, nachdem das Manometerrohr abgeschraubt wurde, mit Hülfe eines Wagens auf Schienen zu einer kleinen Decimalwage H gebracht werden, welche beim Aufsetzen der Gewichte den Wagen in die Höhe hebt und somit freies Wägen gestattet.

Zur Dichtigkeitsbestimmung des Pulvers wägt man sodann eine bestimmte Menge ab. Man füllt vor Allem das Messgefäss mit Quecksilber, stellt den Apparat vollständig zusammen, öffnet den Hahn des Messgefässes, sowie die beiden Hähne des Vacuummeters und pumpt nun die Luft heraus, bis das Vacuummeter constant bleibt.

Hierdurch wird etwa in dem Messgefässe zu viel enthalten gewesenes Quecksilber in das Ueberlaufgefäss gerissen, während das Quecksilber, der herrschenden Luftleere entsprechend, in dem Barometerrohre stehen bleibt. Man schliesst sodann zuerst den Hahn des Manometers und dann den Hahn des Messgefässes, entfernt die Barometerröhre durch Abschrauben und wägt das Messgefäss auf der Decimalwage ab. Hierauf dreht man das Messgefäss um seine Zapfen, so, dass der Hahn nach unten zu stehen kommt, und entleert das Quecksilber, schraubt den Hahn ab, dreht das Messgefäss in die ursprüngliche Lage zurück und bringt die gewogene Menge Pulver ein. Man verschraubt sodann den Apparat wieder, stellt neuerdings vollständige Verbindung mit der Luftpumpe her und erzeugt ein Vacuum. Sobald das Quecksilber seinen normalen Stand erreicht hat, lässt man die Luft zum Apparate zurücktreten und wiederholt dieses Spiel noch einmal. Sodann schliesst man den Hahn des Messgefässes ab, entfernt das Barometer und wägt nun neuerlich den Apparat.

Das specifische Gewicht des Pulvers ist

$$S = \frac{P.d}{T - T' + P'},$$

worin

P das Gewicht des geprüften Pulvers,

d das specifische Gewicht des Quecksilbers bei der herrschenden Zimmertemperatur,

T das Gewicht des mit Quecksilber gefüllten Messgefässes,

T' das Gewicht des Messgefässes mit Quecksilber und Pulver gefüllt ist.

Man macht gewöhnlich drei Bestimmungen und zieht den Durchschnitt.

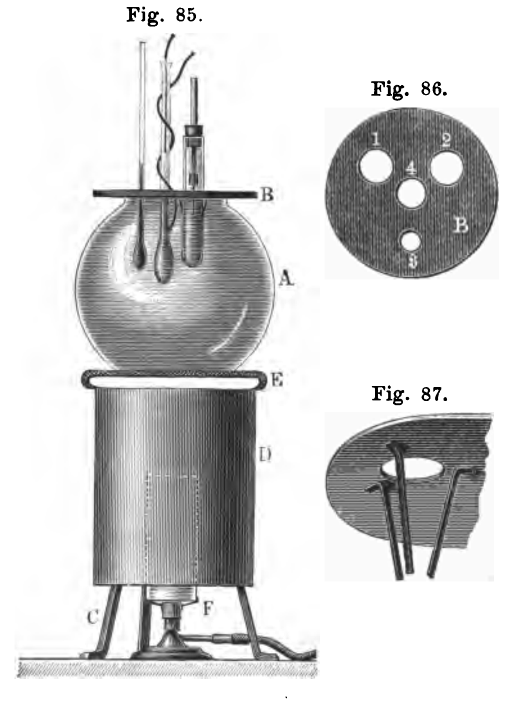
Anhang.

Wärmeprobe für Explosivstoffe der Nitrokörperclasse, wie in Grossbritannien vorgeschrieben.

1. Allgemeine Instructionen.

Erforderliche Apparate. 1. Ein Wasserbad, bestehend aus einem kugelförmigen Glas- oder Kupfergefässe *A* (Fig. 85) von ungefähr 8 Zoll Durchmesser mit einer Oeffnung von ungefähr 5 Zoll. Das Bad ist mit Wasser bis zu 1/4 Zoll vom Rande gefüllt. Es hat einen losen Deckel *B* von Kupferblech von ungefähr 6 Zoll Durchmesser, und ruht auf einem Dreifussgestelle *C* von 14 Zoll Höhe, welches mit einem groben Eisendrahtsiebe *E* bedeckt und mit einem Mantel aus dünnem Weissbleche oder Kupfer *D* umgeben ist. Innerhalb des letzteren ist ein Argandbrenner *F* gestellt, mit einem Glascylinder. In dem Deckel *B* sind vier Löcher, wie in Fig. 86 ersichtlich, angeordnet. Loch Nr. 4 nimmt den Thermoregulator[1]), Nr. 3 das

Fig. 85. Fig. 86. Fig. 87.



[1]) Der Thermoregulator wird gegenwärtig nicht mehr verwendet, da es vollkommen möglich ist, mit dem Argandbrenner allein die Temperatur innerhalb eines Grades gleichmässig zu erhalten. Auch genügt es, statt des Dreifussgestelles und Argandbrenners einen gewöhnlichen Petroleumofen zu verwenden (Anm. d. Verf.).

Thermometer, Nr. 1 und 2 die Probirgläschen auf, welche die Schiessbaumwolle oder andere zu prüfende Materialien enthalten. Um die Löcher 1 und 2 sind an der unteren Seite des Deckels drei Stücke Messingdraht mit ein wenig convergirenden Enden angelöthet (siehe Fig. 87). Diese wirken wie Federn und gestatten, die Probirgläschen leicht in bestimmter Lage zu fixiren und daraus zu entfernen.

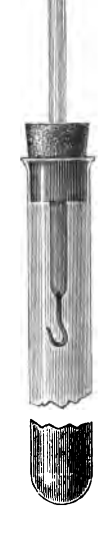
2. Ein Scheibler'scher oder Page'scher Thermoregulator.

3. Zwei Leclanché-Batteriezellen, } falls Scheibler's Thermo-
4. Einige Yard isolirten Kupferdrahtes, } regulator verwendet wird.

5. Probirgläschen von $5^1/_4$ bis $5^1/_2$ Zoll Länge und von solchem Durchmesser, dass dieselben 20 bis 22 ccm Wasser fassen, wenn bis zu einer Höhe von 5 Zoll angefüllt.

6. Kautschukstöpsel, welche in die Probirgläschen passen und eine Anordnung zum Halten des Probepapiers tragen, nämlich eine dünne Glasröhre, welche durch die Mitte des Stöpsels geht und zu einem Haken ausgezogen ist, oder in einen Haken aus Platindraht endigt (Fig. 88).

Fig. 88.



7. Ein Thermometer mit einer Scala von 30 bis 212° F.

8. Eine Minutenuhr.

Erforderliche Materialien.

A. Probepapier. Das Probepapier wird wie folgt bereitet: 45 Grains (3 g) weisser Maisstärke, welche vorher mit kaltem Wasser gewaschen wurde, werden zu $8^1/_2$ Unzen (250 ccm) destillirten Wassers gegeben. Die Mischung wird umgerührt, bis zum Kochen erhitzt und zehn Minuten langsam kochen gelassen. 15 Grains (1 g) reines Jodkalium — nämlich solches, welches aus Alkohol umkrystallisirt wurde — werden in $8^1/_2$ Unzen (250 ccm) destillirten Wassers aufgelöst, die zwei Lösungen werden gründlich gemischt und abgekühlt. Streifen oder Blätter von weissem englischem Filterpapier, welches vorher mit Wasser gewaschen und wieder getrocknet wurde, werden in die so bereitete Lösung getaucht und darin mindestens 10 Secunden lang belassen. Man lässt sie sodann an einem von Laboratoriumsgasen und Staub freien Platze abtropfen und trocknen. Die oberen und unteren Enden der Streifen oder Blätter werden abgeschnitten und das Papier in wohl verstopften oder verkorkten Flaschen und im Dunkeln aufbewahrt[1]). Die Dimensionen der Probepapierstücke sind ungefähr 0,4 Zoll × 0,8 Zoll (10 mm auf 20 mm).

---

[1]) Wenn das Papier frisch bereitet ist, und so lange es sich in gutem Zustande befindet, erzeugt ein Tropfen verdünnter Essigsäure, welcher auf das Papier mit einem Glasstabe gebracht wird, keine Färbung. Im Verlaufe der Zeit jedoch, und je stärker das Licht ist, welchem das Papier ausgesetzt

B. Normalfarbepapier. Eine Lösung von Caramel in Wasser wird in solcher Concentration gemacht, dass, wenn dieselbe 100 mal verdünnt wird (10 ccm zu 1 Liter aufgefüllt), die Färbung dieser verdünnten Lösung gleich sei der Färbung, welche durch das Nessler'sche Reagens in 100 ccm Wasser erzeugt wird, die 0,000075 g Ammoniak oder 0,00023505 g Ammoniumchlorid enthalten. Mit dieser Caramellösung werden mit Hülfe einer reinen Gänsekielfeder Striche auf Streifen weissen Filterpapieres gezogen[1]). Wenn die so erzeugten Striche trocken sind, wird das Papier in Streifen von derselben Grösse, wie das vorhin beschriebene Probepapier, geschnitten, und zwar so, dass jedes Stück eine braune Linie querüber nahe der Mitte der Länge besitzt, und nur solche Streifen werden aufbewahrt, in welchen die braune Linie eine Breite von $^1/_2$ bis 1 mm besitzt.

2. Prüfung von Dynamit, Sprenggelatine und anderen Explosivstoffen der ersten Abtheilung der Nitrokörperclasse.

A. Dynamit u. s. w. Nitroglycerinpräparate, von welchen das Nitroglycerin in der unten beschriebenen Weise extrahirt werden kann, **müssen** die folgende Probe bestehen, sonst werden dieselben als nicht mit „vollständig gereinigtem" Nitroglycerin erzeugt angesehen, wie dies die Licenz bestimmt. Die Probe jedoch, obgleich sie gegenwärtig als die wichtigste angesehen wird, soweit die Prüfung der Reinheit des Nitroglycerins in Betracht kommt, ist nur eine von mehreren, welchen ein gegebenes Muster einer Nitroglycerinmischung genügen muss, um deren Uebereinstimmung mit der Definition in der Licenz festzustellen. Obgleich diese Probe gegenwärtig als Regel und Definition für die Bedeutung des Ausdruckes „vollständig gereinigt" angenommen ist, kann sie nichtsdestoweniger geändert oder ersetzt werden, falls nach der Ansicht des Ministeriums des Innern eine solche Aenderung zu irgend einer Zeit nothwendig erscheint.

Erforderlicher Apparat: Ein Trichter von 2 Zoll Durchmesser und ein Messcylinder, welcher in Grains eingetheilt ist.

Art des Vorganges: Ungefähr 300 bis 400 Grains (20 bis 25 g) fein vertheilten Dynamites werden in den Trichter gegeben, welcher vorher mit etwas frisch geglühtem Asbeste leicht verstopft

---

wird, desto früher wird ein Tropfen Säure eine braune oder bläuliche Färbung erzeugen (eine einzige Stunde directen Sonnenlichtes ruft einen deutlichen Effect hervor), und sobald dies der Fall ist, soll das Papier weggeworfen werden. Es ist deshalb rathsam, nicht zu viel von dem Probepapiere auf einmal herzustellen, sondern es ungefähr jeden Monat neu zu bereiten.

[1]) Dieses Papier muss vor Allem sorgfältig mit destillirtem Wasser gewaschen werden, um alle Spuren vom Bleichen der Substanz zu entfernen, und dann getrocknet werden.

wird. Die Oberfläche wird mit Hülfe einer flachköpfigen Glasstange oder eines Stöpsels glatt gemacht und etwas rein gewaschene und getrocknete Kieselguhr über dieselbe etwa $^{1}/_{8}$ Zoll hoch ausgebreitet. Aus einer Waschflasche wird sodann destillirtes Wasser vorsichtig auf diese Kieselguhr getropft, und sobald der erste Theil aufgesaugt ist, wird mehr hinzugefügt. Das wird wiederholt, bis genügend Nitroglycerin in dem graduirten Messgefässe unterhalb aufgefangen wurde. Sollte mit dem Nitroglycerin etwas Wasser durchgegangen sein, so wird es mit einem Stücke Löschpapier entfernt und das Nitroglycerin, wenn nöthig, durch ein trockenes Papierfilter filtrirt.

Ausführung der Probe: Das Thermometer wird so befestigt, dass es durch den Deckel des Wasserbades in das Wasser (welches stets auf einer Temperatur von 160° F. erhalten wird) $2^{3}/_{4}$ Zoll tief eintaucht. 50 Grains (3,240 g) Nitroglycerin, welche versucht werden sollen, werden in ein Probirglas so eingewogen, dass die Seiten der Röhre nicht beschmutzt werden. Ein Probirpapier wird an dem Haken der Glasstange so befestigt, dass, wenn es in das Probirgläschen eingesteckt wird, es in verticaler Stellung sich befindet. Eine Mischung von einem Theile destillirten Wassers und einem Theile Glycerin in genügender Menge, um die obere Hälfte des Papieres zu befeuchten, wird nun an den oberen Rand des Probirpapieres mit Hülfe eines Kameelhaarpinsels aufgegeben. Der Stöpsel, welcher die Stange und das Papier trägt, wird in dem Probirgläschen befestigt und die Lage des Papieres so gerichtet, dass dessen unterer Rand etwa zur Hälfte in die Röhre hinabreicht. Diese wird sodann durch eines der Löcher in dem Deckel so tief eingelassen, dass der untere Rand des befeuchteten Theiles des Papieres ungefähr $^{5}/_{8}$ Zoll oberhalb der Oberfläche des Deckels sich befindet. Die Probe ist beendigt, wenn die schwachbraune Linie, welche nach einiger Zeit an der Scheidelinie zwischen dem trockenen und feuchten Theile des Papieres erscheint, in Farbe der braunen Linie des Normalfarbepapieres gleich ist. Das zu prüfende Nitroglycerin wird nicht als „vollständig gereinigt“ nach den Bedingungen der Licenz angesehen, wenn die zur Erzeugung der Normalfarbe nöthige Zeit, wie oben beschrieben, nicht mindestens 15 Minuten beträgt [1]).

[1]) In Fabrikslaboratorien, wo man viele Proben im Tage durchzuführen hat, zieht man gewöhnlich grössere Wasserbäder vor und wägt auch das Nitroglycerin nicht ein, sondern richtet sich eine Pipette her, welche ungefähr 50 Grains (3,240 g) bis zur Marke fasst, und deren Inhalt auf den Boden des Probirgläschens tropfen gelassen wird. Das Probirpapier darf niemals mit den Händen berührt werden, weil die geringste Unreinigkeit an denselben das Papier beeinflusst. Man thut deshalb gut, ein grosses Stück Kork vorräthig zu halten, auf welches das Probirpapier aus dem Vorrathsglase mit Hülfe einer Pincette gebracht und mit derselben festgehalten wird, während man mit einer zweiten Pincette zuerst ein Loch in das Papier sticht und dann in dieses Loch den Glashaken einhängt. Die Glycerinmischung kann man dann mit einem Glasstabe auf das Papier bringen, und es genügt gewöhnlich ein kleiner Tropfen zu diesem Zwecke. (Anm. d. Verf.)

B. Sprenggelatine, Gelatinedynamit und ähnliche Präparate. 50 Grains (3,240 g) Sprenggelatine werden mit 100 Grains (6,480 g) Talkpulver gründlich gemischt[1]). Die Mischung wird allmälig in ein Probirgläschen von den oben für die Dynamitwärmeprobe beschriebenen Dimensionen eingeführt, indem man dabei leicht auf den Tisch klopft, während man die auf einander folgenden Theile der Mischung in die Röhre einführt, so dass, wenn die Röhre die gesammte Mischung enthält, sie bis zu $1^3/_4$ Zoll ihrer Höhe angefüllt sei. Das Probepapier wird sodann eingefügt und Wärme in der oben für die Dynamitprobe vorgeschriebenen Weise angewendet, und das zu prüfende Muster muss eine Temperatur von 160° F. ($71^1/_9$° C.) 10 Minuten lang bestehen, bevor es eine Färbung des Probepapieres bewirkt, welche in der Farbe der Normalfarbenprobe entspricht, die für die Resultate der Dynamitwärmeprobe maassgebend ist.

3. Prüfung von Schiessbaumwolle, Schultze-Pulver, E. C.-Pulver und anderen Explosivstoffen der zweiten Abtheilung der Nitrokörperclasse.

A. Gepresste Schiessbaumwolle, Tonit u. s. w. Von der Mitte der Patrone entnimmt man durch leichtes Schaben genügend Material, um für zwei oder mehr Versuche zu dienen, und wenn nothwendig, wird es noch weiter vertheilt, indem man es zwischen den Fingern reibt. Das so erzeugte feine Pulver wird in einer dünnen Lage auf einer Papiertasse von 6 Zoll auf $4^1/_2$ Zoll ausgebreitet, welche in einen Wassertrockenschrank gestellt und soweit möglich auf 120° F. ($48^8/_9$° C.) erhalten wird. Die Drahtgitterabtheilungen in dem Ofen sollen etwa 3 Zoll von einander entfernt sein. Man lässt das Muster 15 Minuten lang in dem Ofen stehen, dessen Thür weit offen gelassen wird. Nach Ablauf von 15 Minuten wird die Tasse entfernt und zwei Stunden lang der Zimmerluft ausgesetzt, und während dieser Zeit wird das Muster auf der Tasse mit der Hand gerieben, um es auf einen feinen und gleichmässigen Grad der Vertheilung zu bringen.

Ausführung der Probe: Der Deckel des Wasserbades wird mit dem Thermoregulator versehen, welcher durch das mittlere Loch Nr. 4 eingefügt wird. Das Thermometer wird in das Loch Nr. 3 eingesetzt.

[1]) Dies ist leicht auszuführen, indem man die zwei Materialien in einem hölzernen Mörser mit einem hölzernen Pistill sorgfältig verarbeitet.

Das Talkpulver soll von guter Handelsqualität sein, und nachdem es sorgfältig mit destillirtem Wasser gewaschen und in einem Wasserbade getrocknet wurde, soll es unter einer Glasglocke feuchter Luft ausgesetzt werden, bis es ungefähr 0,5 Proc. Feuchtigkeit aufgenommen hat. Es soll dann zum Gebrauche in Flaschen aufbewahrt werden, und mit gewöhnlicher Aufmerksamkeit wird die Grenze von 0,5 Proc. Feuchtigkeit bei der Aufbewahrung dauernd erhalten werden können.

Das Wasser in dem Bade wird auf 150° F. ($65^5/_9$° C.) erhitzt und der Regulator so eingestellt, dass diese Temperatur erhalten bleibt. 20 Grains (1,296 g) des zu prüfenden Musters werden ausgewogen in das Probirgläschen gegeben und leicht niedergedrückt, bis das Muster so nahe als möglich einen Raum von $1^5/_{16}$ Zoll in dem Probirgläschen von den angegebenen Dimensionen einnimmt. Ein Probirpapier wird an dem Haken des Glasstabes in der Röhre befestigt und befeuchtet, indem man den oberen Rand mit einem Tropfen destillirten Wassers berührt, welches 50 Proc. Price's Glycerin (doppelt destillirtes Glycerin) enthält. Die verwendete Menge von Flüssigkeit muss gerade genügen, um ungefähr die Hälfte des Papieres zu befeuchten. Der den Stab und das Probepapier tragende Stöpsel wird sodann in dem Probirgläschen befestigt, und dieses letztere in das Wasserbad, auf eine Tiefe von $2^1/_2$ Zoll vom Deckel gemessen, eingesteckt. Der Regulator und das Thermometer werden gleichfalls auf diese Tiefe eingefügt, das Probepapier wird nahe dem oberen Theile des Probirgläschens gehalten, aber frei vom Stöpsel, bis das Probirglas etwa fünf Minuten lang eingetaucht war. Um diese Zeit wird ein Ring von Feuchtigkeit sich an der Wand des Probirgläschens, ein wenig oberhalb des Deckels des Wasserbades, niedergeschlagen haben. Der Glasstab wird sodann heruntergelassen, bis der untere Rand des befeuchteten Theiles des Papieres auf demselben Niveau ist, wie der Untertheil des Feuchtigkeitsringes im Probirgläschen. Das Papier wird nun sorgfältig beobachtet. Die Probe ist zu Ende, wenn eine sehr schwache braune Färbung an der Scheidelinie zwischen dem trockenen und feuchten Theile des Papieres erscheint. Der Zeitzwischenraum zwischen der ersten Einführung des Probirglases mit dem Muster von Schiessbaumwolle in das Wasser bei 150° F. ($65^5/_9$° C.) und der ersten Erscheinung einer Färbung des Papieres bildet die Probe, und dieser Zeitunterschied darf nicht weniger als 10 Minuten betragen, sonst wird das Muster als nicht genügend gereinigt angenommen.

B. Schultze-Pulver, E. C.-Pulver, Collodiumwolle u. s. w. Eine genügende Menge des Musters ohne weitere mechanische Vertheilung wird in dem Trockenofen, wie oben, getrocknet und dann zwei Stunden lang der Luft ausgesetzt. Die Probe, wie oben für gepresste Schiessbaumwolle angegeben, wird sodann ausgeführt. Die geringste Dauer der Probe ist dieselbe, nämlich 10 Minuten.

4. Wärmeprobe für Cordit.

(Analog auch für ähnliche rauchlose Pulver.)

Von einem Ende einer jeden Schnur Cordit, welche für die Probe gewählt wird, werden Stücke von $^1/_2$ Zoll Länge abgeschnitten, bei dickerem Cordit wird jedes Stück noch weiter in ungefähr 4 Thle. zerschnitten (bei Blättchen- oder Würfelpulver wird in derselben Weise

eine Zerkleinerung vorgenommen). Die so zerschnittenen Stücke werden zwei- oder dreimal in einer Mühle (einer kleinen Kegelmühle) vermahlen, wobei der zuerst durchgehende Theil bei Seite gethan wird, weil er von der Mühle fremde Substanzen enthalten kann. Das gemahlene Material wird durch eine Garnitur von drei Sieben gehen gelassen. Der durch das obere Sieb durchgegangene und von dem zweiten zurückgehaltene Theil wird für die Probe benutzt. Nach jedesmaligem Mahlen eines Pulvers muss die Mühle aus einander genommen und sorgfältig gereinigt werden. Zur Ausführung der Probe werden 25 Grains (1,620 g) des Cordits unter leichtem Schütteln in das Probirgläschen gegeben, mit einem Probepapiere, wie vorhin beschrieben, versehen und mit Glycerin befeuchtet. Das Wasser im Wasserbade wird auf einer Temperatur von 180° F. ($82^2/_9$° C.) erhalten. Der untere Rand des befeuchteten Theiles des Papieres soll ungefähr $^5/_8$ Zoll über der Oberfläche des Deckels stehen. Die braune Linie auf dem Probepapiere darf nicht vor 15 Minuten erscheinen.

5. Ausschwitzungs- und Verflüssigungsprobe für Sprenggelatine, Gelatinedynamit und ähnliche Präparate.

A. Verflüssigungsprobe. Von der zu prüfenden Patrone Sprenggelatine wird ein Cylinder abgeschnitten, dessen Länge ungefähr gleich seinem Durchmesser ist, und dessen Enden scharf abgeschnitten sind. Der Cylinder wird ohne Umhüllung auf die Stirnseite auf eine flache Oberfläche gelegt und durch eine durch seine Mitte vertical hindurchgehende Stecknadel festgehalten. In diesem Zustande wird der Cylinder 144 auf einander folgende Stunden lang (sechs Tage und sechs Nächte) einer Temperatur zwischen 85 und 90° F. ($29^4/_9$ bis $32^2/_9$° C.) ausgesetzt, und während dieser Zeit soll der Cylinder in Höhe um nicht mehr als ein Viertel der ursprünglichen sich verringern und die obere abgeschnittene Fläche soll ihre Geradheit und die Schärfe ihrer Ränder beibehalten.

Anmerkung. Wenn die zu prüfende Sprenggelatine und Gelatinedynamite nicht in cylindrischer Form hergestellt sind, so ist die obige Probe mit den nöthigen Aenderungen anzuwenden.

B. Probe auf die Neigung zum Ausschwitzen. Von der allgemeinen Masse der Sprenggelatine oder Gelatinedynamite soll keine Substanz sich ausscheiden, welche von geringerer Consistenz ist als die Gesammtheit des übrig gebliebenen Theiles des Materiales, unter welchen Bedingungen immer bei der Einlagerung, Transport oder Gebrauch, oder wenn das Material dreimal hinter einander abwechselndem Frieren und Aufthauen unterworfen wird, oder wenn es der vorhin beschriebenen Verflüssigungsprobe ausgesetzt ist.

Litteratur.

Ein Verzeichniss der Litteratur über Explosivstoffe, sowie eingehendere Mittheilungen finden sich in dem Werke von Oscar Guttmann „Die Industrie der Explosivstoffe“, Braunschweig 1895, Friedr. Vieweg u. Sohn.

An Werken, welche die Gesammtheit der Explosivstoffe behandeln, sind ferner zu empfehlen:

Léon Gody, „Traité théorique et pratique des matières explosives“, Namur 1896.

Luiz Mardel, „Polvoras, Explosivos Modernos e suas applicaçoes“, Lissabon 1893—1896.

Willoughby Wake, „Lectures on Explosives“, New-York 1897.

Cundill und Thomson, „Dictionary of Explosives“, London 1895.

„Treatise on Service Explosives“, London 1895.

A. Macquet, „Explosifs de sûreté“, Paris 1893.

Marcelin Berthelot, „Sur la force des matières explosives“, Paris 1883.

Derselbe, „Les compositions incendiaires dans l'antiquité et au moyen âge“, Paris 1891 (Revue des deux mondes).

SACHREGISTER.

